

28.4.2004
PCT/JP2004/003623

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 6 月 2 3 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 1 7 7 6 0 8
Application Number:

[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 1 7 7 6 0 8]

出 願 人 カネボウ株式会社
Applicant(s): 信越化学工業株式会社

REC'D 03 JUN 2004

WIPO

PCT

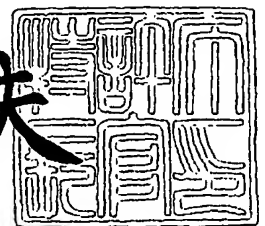
BEST AVAILABLE COPY

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 4 月 1 9 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 P2003-0110

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 A61K 7/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県小田原市寿町5丁目3番28号 カネボウ株式会社 化粧品研究所内

【氏名】 黒田 章裕

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内

【氏名】 作田 晃司

【特許出願人】

【代表出願人】

【識別番号】 000000952

【氏名又は名称】 カネボウ株式会社

【代表者】 帆足 隆

【電話番号】 03-5446-3575

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代表者】 金川 千尋

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2003- 74978

【出願日】 平成15年 3月19日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010205

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 化粧料

【特許請求の範囲】

【請求項1】 化学式 $\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_3\text{SiOH}$ で示される 1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの残存量が 3.0 質量%以下となるように精製された、化学式 $\text{Si}\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_4$ で示される高純度テトラキストリメチルシロキシシランを含有することを特徴とする化粧料。

【請求項2】 さらにメチルトリメチコンを含有することを特徴とする請求項1に記載の化粧料。

【請求項3】 1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの残存量が 1.0 質量%以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の化粧料。

【請求項4】 1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの残存量が 0.5 質量%以下であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の化粧料。

【請求項5】 高純度テトラキストリメチルシロキシシランの含有量とメチルトリメチコンの含有量との比が、それぞれ 5:95～90:10 の範囲にあることを特徴とする請求項2に記載の化粧料。

【請求項6】 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン、または高純度テトラキストリメチルシロキシシランとメチルトリメチコンの総含有量が化粧料の総量に対して、0.5～60 質量%の範囲にあることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の化粧料。

【請求項7】 さらにエチルアルコールを含有することを特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載の化粧料。

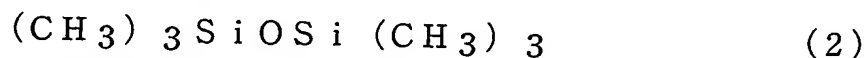
【請求項8】 さらにイソドデカン、イソデカン、イソヘキサデカンの1種以上を含有することを特徴とする請求項1～7のいずれか1項に記載の化粧料。

【請求項9】 さらにシリコーン樹脂、シリコーン変性有機粘剤、フッ素変性シリコーン樹脂の1種以上を含有することを特徴とする請求項1～8のいずれ

か1項に記載の化粧料。

【請求項10】 さらに分岐シリコーン型ポリグリセリル変性シリコーン、分岐シリコーン型ポリエーテル変性シリコーン、アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、架橋型ポリエーテル変性シリコーンの1種以上を含有することを特徴とする請求項1～9のいずれか1項に記載の化粧料。

【請求項11】 高純度テトラキストリメチルシロキシシランが、下記一般式(1)で示されるテトラアルコキシシラン(Rは炭素数1～10の1価炭化水素基)と、下記化学式(2)で示されるヘキサメチルジシロキサンを加水分解縮合反応させて得られたものであり、且つテトラアルコキシシラン1モルに対して、ヘキサメチルジシロキサン2.0～10.0モル、酸触媒0.01～0.5モル、水2.5～10.0モルを用い、水を添加する工程は温度0～30℃未満で30分～5時間反応し、水の添加終了後に温度30～100℃で30分～5時間反応し、精製して得られたものであることを特徴とする請求項1～10のいずれか1項に記載の化粧料。



【請求項12】 高純度テトラキストリメチルシロキシシランが、化学式 $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ で示されるテトラメトキシシランと前記化学式(2)で示されるヘキサメチルジシロキサンを加水分解縮合反応させて得られたものであり、且つテトラメトキシシラン1モルに対して、ヘキサメチルジシロキサン2.0～10.0モル、メタノール、エタノール、イソプロパノールから選択されるアルコール1.0～5.0モル、酸触媒0.01～0.5モル、水2.5～10.0モルを用い、水を添加する工程は温度0～30℃未満で30分～5時間反応し、水の添加終了後に温度30～100℃で30分～5時間反応し、精製して得られたものであることを特徴とする請求項1～10のいずれか1項に記載の化粧料。

【請求項13】 高純度テトラキストリメチルシロキシシランが、順次下記(A)～(D)からなる製造工程によって得られ、精製したものであることを特徴とする請求項1～10のいずれか1項に記載の化粧料。

(A) 前記化学式 (2) で示されるヘキサメチルジシロキサン 2.0～10.0 モルと、必要に応じて炭素数 1～6 の 1 価低級アルコール 0.5～10.0 モルと、酸触媒 0.01～0.5 モルを混合し、0～30℃未満に冷却する工程。

(B) 上記の系に前記一般式 (1) のテトラアルコキシシラン 1.0 モルを加える工程。

(C) 内温を 0～30℃未満に維持しながら、水 2.5～10.0 モルを加える工程。

(D) 内温が 30～100℃となるように加熱する工程。

【請求項 14】 高純度テトラキストリメチルシロキシシランが、順次下記 (A')～(D') からなる製造工程によって得られ、精製して得られたものであることを特徴とする請求項 1～10 のいずれか 1 項に記載の化粧料。

(A') ヘキサメチルジシロキサン 2.0～10.0 モルと、メタノール、エタノール、イソプロパノールから選択されるアルコール 1.0～5.0 モルと、酸触媒 0.01～0.5 モルを混合し、0～30℃未満に冷却する工程。

(B') 上記の系にテトラメトキシシラン 1.0 モルを加える工程。

(C') 内温を 0～30℃未満に維持しながら、水 2.5～10.0 モルを加える工程。

(D') 内温が 30～100℃となるように加熱する工程。

【請求項 15】 請求項 13 の製造工程 (A) において、メタノール、エタノール又はイソプロパノールから選ばれる 1 種以上の 1 価低級アルコールを 0.5～10.0 モルを加えることを特徴とする請求項 13 に記載の化粧料。

【請求項 16】 酸触媒が硫酸、メタンスルホン酸、トリフロロメタンスルホン酸から選ばれる 1 種以上であることを特徴とする請求項 11～14 のいずれか 1 項に記載の化粧料。

【請求項 17】 前記一般式 (1) のテトラアルコキシシランがテトラエトキシシラン及び／又はテトライソプロポキシシランから選ばれることを特徴とする請求項 11 または 13 に記載の化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、安全性、感触に優れ、製剤の特性または使用時の環境に合わせた適度な揮発性を有する揮発性シリコーンを含有する化粧料に関する。

さらに詳しくは、安全性に優れ、適度な揮発性と油溶性を有し、経時安定性、感触に優れた高純度テトラキストリメチルシロキシシランを含有する化粧料に関する。

【0002】**【従来の技術】**

従来、メチルトリメチコンは揮発性溶媒として優れた特性を有することが知られている（特許文献1）。一方、テトラキストリメチルシロキシシランも既に化粧品への配合が知られている（特許文献2～4）。

【0003】**【特許文献1】**

EP1213006号公報

【特許文献2】

WO03016380号公報

【特許文献3】

WO02096980号公報

【特許文献4】

EP0789061号公報

【0004】**【発明が解決しようとする課題】**

しかしながら上記特許文献2～4に記載されているテトラキストリメチルシロキシシランは、その他の多種の揮発性シリコーンの一種としての扱いであり、安全性に問題があることが知られている低分子の直鎖状シリコーンなどと同列に扱われており、その特性や安全性については全く考慮されていないことは明らかである。そして、テトラキストリメチルシロキシシランが化粧品原料としての安全性に優れること、化粧品原料として適度な油溶性を有し、経時安定性、感触にも優れていることについては全く記載がない。また、テトラキストリメチルシロキ

シシランは低分子の直鎖状シリコーンなどと単に同列に扱われていることから、安全性や感触の点などから、テトラキストリメチルシロキシシランの不純物や精製度合について考慮された形跡は認められない。さらに、これらの種々の成分の中からメチルトリメチコンとテトラキストリメチルシロキシシランを特に組み合わせて使用することのメリットなどについては全く記載されていない。

【0005】

本発明人らは、こうした中でテトラキストリメチルシロキシシランの化粧品への配合特性について検討していたところ、通常テトラキストリメチルシロキシシランを合成する際に副生物として発生する1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチルー3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンが感触面での大きな問題を引き起こすことを見出した。すなわち、1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチルー3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンは、液体として肌上にある時は、化粧料ではあまり好まれない強い上滑り感を示す。そして塗布水洗後、約5分間くらいの間、肌はかなりきしみ感を示し、さらに約10分が経過すると完全に揮発してしまい、もとの肌の感触に戻るという、感触の変化が極めて大きい物質であり、この混入量が変わると製剤自体の感触が変化してしまう作用効果を示す物質であることが判明した。そのため、テトラキストリメチルシロキシシランを化粧料に配合するには、1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチルー3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの混入量が変わると化粧料自体の感触が変化してしまうという大きな問題点を解決する必要性があり、まず1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチルー3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの残存量を最小に、かつ一定にコントロールする必要がある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

そこで、我々は種々の検討を行った結果、1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチルー3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの残存量が1.0質量%を超えると感触上の問題が大きくなる傾向を見出し、少なくとも3.0質量%以下にコントロールする必要性があり、好ましくは1.0質量%以下、さら

に好ましくは 0.5 質量%以下にするように合成し精製することで化粧料の配合に適した高純度のテトラキストリメチルシロキシシランを得ることが可能となった。また、1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンはテトラキストリメチルシロキシシランと沸点が近く、合成方法によっては混入量が多くなり、蒸留精製ではうまく除けない問題があるため、1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの残存が最小になるようなテトラキストリメチルシロキシシランの製造方法を検討した上で、化粧料への配合を検討した。さらに、テトラキストリメチルシロキシシランと共に同じ分岐型の揮発性シリコーンの一種であるメチルトリメチコンを組み合わせて用いたところ、揮発性が適度にコントロールされ、化粧料の感触、安定性に大変有益な組み合わせであることを見出した。

【0007】

すなわち、本発明は、化学式 $\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_3\text{SiOH}$ で示される 1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの残存量が 3.0 質量%以下となるように精製された、化学式 $\text{Si}\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_4$ で示される高純度テトラキストリメチルシロキシシランを含有することを特徴とする化粧料にある。

【0008】

第2の本発明は、さらにメチルトリメチコンを含有することを特徴とする上記の化粧料にある。

【0009】

第3の本発明は、1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの残存量が 1.0 質量%以下であることを特徴とする上記の化粧料にある。

【0010】

第4の本発明は、1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの残存量が 0.5 質量%以下であることを特徴とする上記の化粧料にある。

【0011】

第5の本発明は、高純度テトラキストリメチルシロキシシランの含有量とメチルトリメチコンの含有量との比が、それぞれ5：95～90：10の範囲にあることを特徴とする上記の化粧料にある。

【0012】

第6の本発明は、高純度テトラキストリメチルシロキシシラン、または高純度テトラキストリメチルシロキシシランとメチルトリメチコンの総含有量が化粧料の総量に対して、0.5～60質量%の範囲にあることを特徴とする上記の化粧料にある。

【0013】

第7の本発明は、さらにエチルアルコールを含有することを特徴とする上記の化粧料にある。

【0014】

第8の本発明は、さらにイソドデカン、イソデカン、イソヘキサデカンの1種以上を含有することを特徴とする上記の化粧料にある。

【0015】

第9の本発明は、さらにシリコーン樹脂、シリコーン変性有機粘剤、フッ素変性シリコーン樹脂の1種以上を含有することを特徴とする上記の化粧料にある。

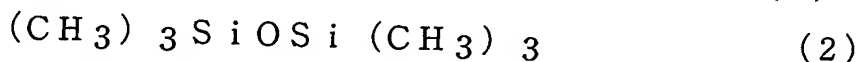
【0016】

第10の本発明は、さらに分岐シリコーン型ポリグリセリル変性シリコーン、分岐シリコーン型ポリエーテル変性シリコーン、アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、架橋型ポリエーテル変性シリコーンの1種以上を含有することを特徴とする上記の化粧料にある。

【0017】

第11の本発明は、高純度テトラキストリメチルシロキシシランが、下記一般式(1)で示されるテトラアルコキシシラン(Rは炭素数1～10の1価炭化水素基)と、下記化学式(2)で示されるヘキサメチルジシロキサンを加水分解縮合反応させて得られたものであり、且つテトラアルコキシシラン1モルに対して、ヘキサメチルジシロキサン2.0～10.0モル、酸触媒0.01～0.5モ

ル、水 2.5～10.0 モルを用い、水を添加する工程は温度 0～30℃未満で 30分～5時間反応し、水の添加終了後に温度 30～100℃で 30分～5時間反応し、精製して得られたものであることを特徴とする上記の化粧料にある。



【0018】

第12の本発明は、高純度テトラキストリメチルシロキシシランが、化学式 $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ で示されるテトラメトキシシランと前記化学式 (2) で示されるヘキサメチルジシロキサンを加水分解縮合反応させて得られたものであり、且つテトラメトキシシラン 1 モルに対して、ヘキサメチルジシロキサン 2.0～10.0 モル、メタノール、エタノール、イソプロパノールから選択されるアルコール 1.0～5.0 モル、酸触媒 0.01～0.5 モル、水 2.5～10.0 モルを用い、水を添加する工程は温度 0～30℃未満で 30分～5時間反応し、水の添加終了後に温度 30～100℃で 30分～5時間反応し、精製して得られたものであることを特徴とする上記の化粧料にある。

【0019】

第13の本発明は、高純度テトラキストリメチルシロキシシランが、順次下記 (A)～(D) からなる製造工程によって得られ、精製したものであることを特徴とする上記の化粧料にある。

(A) 前記化学式 (2) で示されるヘキサメチルジシロキサン 2.0～10.0 モルと、必要に応じて炭素数 1～6 の 1価低級アルコール 0.5～10.0 モルと、酸触媒 0.01～0.5 モルを混合し、0～30℃未満に冷却する工程。

(B) 上記の系に前記一般式 (1) のテトラアルコキシシラン 1.0 モルを加える工程。

(C) 内温を 0～30℃未満に維持しながら、水 2.5～10.0 モルを加える工程。

(D) 内温が 30～100℃となるように加熱する工程。

【0020】

第14の本発明は、高純度テトラキストリメチルシロキシシランが、順次下記

(A') ~ (D') からなる製造工程によって得られ、精製して得られたものであることを特徴とする上記の化粧料にある。

(A') ヘキサメチルジシロキサン 2.0 ~ 10.0 モルと、メタノール、エタノール、イソプロパノールから選択されるアルコール 1.0 ~ 5.0 モルと、酸触媒 0.01 ~ 0.5 モルを混合し、0 ~ 30℃未満に冷却する工程。

(B') 上記の系にテトラメトキシシラン 1.0 モルを加える工程。

(C') 内温を 0 ~ 30℃未満に維持しながら、水 2.5 ~ 10.0 モルを加える工程。

(D') 内温が 30 ~ 100℃となるように加熱する工程。

【0021】

第15の本発明は、第13の発明の製造工程 (A) において、メタノール、エタノール又はイソプロパノールから選ばれる1種以上の1価低級アルコールを 0.5 ~ 10.0 モルを加えることを特徴とする化粧料にある。

【0022】

第16の本発明は、酸触媒が硫酸、メタンスルホン酸、トリフロロメタンスルホン酸から選ばれる1種以上であることを特徴とする上記に記載の化粧料にある。

【0023】

第17の本発明は、前記一般式 (1) のテトラアルコキシシランがテトラエトキシシラン及び／又はテトライソプロポキシシランから選ばれることを特徴とする上記の化粧料にある。

【0024】

【発明の実施の形態】

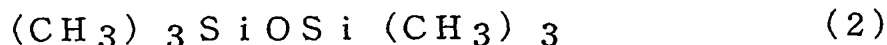
本発明の化粧料では、化学式 $\{CH_3\}_3SiO\}_3SiOH$ で示される 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサン (以下、M3Q(OH) と略す) の残存量が 3.0 質量%以下、より好ましくは 1.0 質量%以下、特に好ましくは 0.5 質量%以下となるに製造条件、精製度合を選択し、コントロールして得られた、化学式 $Si\{(CH_3)_3SiO\}_4$ で示される高純度テトラキストリメチルシロキシシランを配合

する。不純物が多い場合、上記のように品質安定性、感触の安定性に問題が発生する他、皮膚刺激やステinging刺激が発生する場合がある。また、テトラキストリメチルシロキシシランの純度の確認方法としては（後記の製造実施例参照）、例えばガスクロマトグラフを使用し、面積 100 分率を用いて定量する。

【0025】

本発明の化粧料に配合する高純度のテトラキストリメチルシロキシシランの製造方法としては、ヘキサメチルジシロキサン、及び必要に応じて 1 価低級アルコールとの混合液中に強酸触媒を添加し、次いでテトラアルコキシシランを加え、冷却しながら水を加えて共加水分解を行ない、さらに加熱し、得られた反応物を蒸留精製する方法が好ましく、特に下記一般式 (1) で示されるテトラアルコキシシラン (R は炭素数 1 ~ 10 の 1 価炭化水素基) と下記化学式 (2) で示されるヘキサメチルジシロキサンを加水分解縮合反応させる際に、下記一般式 (1) で示されるテトラアルコキシシラン 1 モルに対して、一般式 (2) で示されるヘキサメチルジシロキサン 2.0 ~ 10.0 モル、酸触媒 0.01 ~ 0.5 モル、水 2.5 ~ 10.0 モルを用い、水を添加する工程は温度 0 ~ 30℃未満で 30 分 ~ 5 時間反応し、水の添加終了後に温度 30 ~ 100℃で 30 分 ~ 5 時間反応させ加水分解縮合反応する方法が、精製の容易性、配合した化粧料の感触等の点から好ましい。

【0026】



ここで、R は炭素数 1 ~ 10 の 1 価炭化水素基であり、R の具体例はエチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、n-ヘキシル基、オクチル基、2-エチルヘキシル基、ノニル基、デシル基を挙げることができるが、R は互いに同一であっても異なってもよい。これらの中でも、特にエチル基ないしイソプロピル基が好ましい。

【0027】

本発明の化粧料に配合する高純度テトラキストリメチルシロキシシランは製造

工程としては、順次下記 (A) ~ (D) からなることが好ましい。

(A) ヘキサメチルジシロキサン 2.0 ~ 10.0 モルと、必要に応じて炭素数 1 ~ 6 の 1 価低級アルコール 0.5 ~ 10.0 モルと、酸触媒 0.01 ~ 0.5 モルを混合し、0 ~ 30℃未満に冷却する工程。

(B) 上記の系に一般式 (1) のテトラアルコキシシラン 1.0 モルを加える工程。

(C) 内温を 0 ~ 30℃未満に維持しながら、水 2.5 ~ 10.0 モルを加える工程。

(D) 内温が 30 ~ 100℃となるように加熱する工程。

【0028】

また、テトラアルコキシシランとして、化学式 $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ で示されるテトラメトキシシランを用いる場合、テトラメトキシシラン 1 モルに対してヘキサメチルジシロキサン 2.0 ~ 10.0 モル、メタノール、エタノール、イソプロパノールから選択される 1 価低級アルコール 1.0 ~ 5.0 モル、酸触媒 0.01 ~ 0.5 モル、水 2.5 ~ 10.0 モルを用い、水を添加する工程は温度 0 ~ 30℃未満で 30 分 ~ 5 時間反応し、水の添加終了後に温度 30 ~ 100℃で 30 分 ~ 5 時間反応させ加水分解縮合反応する方法が好ましい。

【0029】

そして、順次下記のような製造工程も可能である。

(A') ヘキサメチルジシロキサン 2.0 ~ 10.0 モルと、メタノール、エタノール、イソプロパノールから選択されるアルコール 1.0 ~ 5.0 モルと、酸触媒 0.01 ~ 0.5 モルを混合し、0 ~ 30℃未満に冷却する工程。

(B') 上記の系にテトラメトキシシラン 1.0 モルを加える工程。

(C') 内温を 0 ~ 30℃未満に維持しながら、水 2.5 ~ 10.0 モルを加える工程。

(D') 内温が 30 ~ 100℃となるように加熱する工程。

【0030】

尚、ここで用いるテトラアルコキシシランは、常法により合成したものを精製して用いる事ができるが、テトラクロロシランとアルコールとから脱塩酸反応に

より合成した反応液を精製することなく用いることもできる。テトラクロロシランとアルコールから脱塩酸反応により得られる未精製のテトラアルコキシシランは、一般に高純度であり、不純物としてアルコールと少量にジシロキサンを含有する。本反応に用いる未精製のテトラアルコキシシランの純度が50%以上であれば問題ないが、80%以上の純度である事が好ましく、特に好ましくは90%以上の純度であることが望ましい。

【0031】

上記製造方法ではテトラアルコキシシラン1.0モルに対してヘキサメチルジシロキサン2.0~10.0モルを用いることが好ましく、さらに好ましくは2.5~5.0モルである。ヘキサメチルジシロキサンが2.0モル未満だと反応中間体であるアルコキシ体(1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-メトキシトリシロキサン($\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_3\text{SiOCH}_3$ 、以下M3Q(OMe)と略す)や1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-エトキシトリシロキサン($\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_3\text{SiOCH}_2\text{CH}_3$ 、以下M3Q(OEt)と略す)等の残存量が増加するため反応収率が低下し、10.0モルを超えても収率の向上は期待できず、ポット収率(全原料の合計質量あたりの収率)が低下してしまう問題がある。

【0032】

ここで反応溶媒として用いられるアルコールは炭素数1~6の1価低級アルコールであり、具体例としてメタノール、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、n-ブタノール、イソブタノール、ペンタノール、ヘキサノールが挙げられるが、好ましくはメタノール、エタノール、イソプロパノールである。

【0033】

ここで用いる1価低級アルコールの使用量は、(1)のテトラアルコキシシラン1.0モルに対して0.5~10.0モルであることが好ましく、特に好ましくは1.0~5.0モルである。1価低級アルコールの量が0.5モル未満であると加水分解反応に必要な水の分散性が不足し、反応中間体の残存量増加や高沸点物の生成量が増加するため、収率が低下する。10.0モルを超えるとポット

収率が低下してしまう問題がある。

【0034】

また、テトラアルコキシシランにおけるRがメチル基を除くシラン、特にテトラエトキシシラン、テトラプロポキシシランである場合、加水分解反応の進行と共にエタノール、あるいはプロパノールが副生し、水とアルコキシシランとの分散性が良くなるため、溶剤としての1価低級アルコールを使用しなくても良いメリットがある。ポット収率の点から見ると、1価低級アルコールを必要としない合成方法が特に好ましい。

【0035】

ここで用いられる酸触媒としては、硫酸、塩酸、メタンスルホン酸、トリフルオロメタンスルホン酸などが挙げられる。特に、硫酸、トリフルオロメタンスルホン酸を用いることが好ましい。

【0036】

ここで用いる酸触媒の使用量は、テトラアルコキシシラン1モルに対して0.01～0.5モル用いることが好ましく、更に好ましくは0.02～0.4モル用いることが望ましい。酸触媒の量が0.01モル未満であると反応速度が遅くなるため反応時間が長くなり、0.5モルを超えると高沸点物の生成量が増加するため、収率が低下する問題がある。

【0037】

この反応で用いる水は、水単独で用いる事ができるが、炭素数1～6の1価低級アルコールを添加した水を用いることもできる。水に1価低級アルコールを添加する場合の該アルコールとしては、メタノール、エタノール、*n*-プロパノール、イソプロパノール、*n*-ブタノール、イソブタノールなどが挙げられる。また、1価低級アルコールの合計使用量は先に述べたモル比の範囲内であることが好ましい。

【0038】

この反応で用いる水の使用量は、テトラアルコキシシラン1モルに対して2.5～10.0モルを用いることが好ましく、さらに好ましくは3.0～8.0モルである。トリアルコキシシランが2.5モル未満であると反応中間体であるア

ルコキシ体 (M3Q (OMe)、M3Q (OEt) 等) の残留量が増加するため収率が低下し、10.0モルを超えても収率の向上は期待できず、ポット収率が低下してしまう問題が発生する。

【0039】

この反応は、先ずヘキサメチルジシロキサンと必要に応じて炭素数1～6の1価低級アルコールを混合し、さらに酸触媒とテトラアルコキシシラン類を混合することが好ましい。ヘキサメチルジシロキサン、アルコール、酸触媒、テトラアルコキシシランは同時に混合しても良いが、水を加える前に内温を0～30℃未満、好ましくは0～25℃、特に好ましくは0～15℃に冷却することが好ましい。内温が0℃未満で水を添加すると反応速度が遅くなるため反応時間が長くなりすぎ、30℃を超えた状態で水を添加すると目的物の収率が低下してしまうため好ましくない。

【0040】

さらに、テトラキストリメチルシロキシシランの生成収率をより向上させるためにはヘキサメチルジシロキサンと必要に応じて1価低級アルコールを混合し0～30℃未満とする。好ましくは0～25℃、特に好ましくは0～15℃とすることが好ましい。これに内温が30℃を超えないように、好ましくは25℃を超えないように、特に好ましくは15℃を超えないように酸触媒を添加し、その温度で10分～1時間攪拌する。次いでテトラアルコキシシランを内温が0～30℃未満を保つ速度で、好ましくは0～25℃を保つ速度で、特に好ましくは0～15℃を保つ速度で添加し、その温度で10分～1時間攪拌してから水を添加することが好ましい。

【0041】

この反応は更に水を加えて加水分解を行うが、水を加えると発熱するため、内温が0～30℃未満を維持するように冷却しながら加えることが好ましい。水を添加する際に内温が0℃未満となると反応速度が遅くなるために反応時間が長くなりすぎ、30℃を超えると目的物の収率が低下してしまう問題がある。好ましくは0～25℃を維持するように添加することであり、特に好ましくは0～15℃を維持するように添加する。水の添加が終了してからは、さらに0～30℃で

10分～5時間撹拌を続けることが好ましい。

【0042】

また、この反応は上記工程後、更に内温を30～100℃、好ましくは40～80℃となるよう加熱し、30分～5時間、好ましくは1時間～3時間撹拌を続けることが好ましい。こうすることによって反応中間体であるアルコキシ体 (M3Q (OMe)、M3Q (OEt) 等) とM3Q (OH) の残留量が低下し、目的物であるテトラキストリメチルシロキシシランの収率が向上する。

【0043】

この方法では、反応後に分液により水層を分離、有機層を重曹水などの塩基水溶液で中和を行う事が好ましい。更に洗液が中性となるまで有機層を水洗し、蒸留精製を行うか、または、水洗後の反応液を無水硫酸ナトリウムや塩化カルシウムなどの乾燥剤を加えて脱水した後に、蒸留精製しても良い。

【0044】

ここで参考までに従来の合成方法との差異について述べる。

テトラキストリメチルシロキシシランを得るための合成方法は、メチルトリシロキシシラン ($\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_3\text{SiCH}_3$ 、以下メチルトリメチコンと称す) の合成方法が参考となる。従来メチルトリメチコンを製造する方法としては、下記の方法が知られている。

1. メチルトリクロロシランとトリメチルクロロシランを、メタノールの存在下に共加水分解する方法 (国際公開WO2001-15658号、特開2002-68930号公報)。
2. メチルトリクロロシランとヘキサメチルジシロキサンを、過塩素酸触媒の存在下に反応させる方法 (Dokl. Akad. Nauk SSSR, 227, 607～610 (1976))。
3. メチルトリエトキシシランとヘキサメチルジシロキサンを、酸性のイオン交換樹脂の存在下に反応させる方法 (J. Organomet. Chem., 340, 31～36 (1988))。
4. メチルトリアルコキシシランとヘキサメチルジシロキサンを、カルボン酸と酸触媒の存在下反応させる方法 (特開平11-217389号公報)。

5. メチルトリメトキシシラン、ヘキサメチルジシロキサン及びメタノール中に濃硫酸を添加した後、水とメタノールの混合物を滴下して反応させる方法（国際公開WO2001-15658号公報、特開2002-68930号公報）。

【0045】

1. の方法でテトラキストリメチルシロキシシランを合成するには、テトラクロロシランとトリメチルクロロシランをメタノールの存在下に共加水分解すればよい。しかし、大量の水が必要であり、且つ反応の選択性が低いため収率が非常に低いという問題がある。

【0046】

2. の方法でテトラキストリメチルシロキシシランを合成するには、テトラクロロシランとヘキサメチルジシロキサンを、過塩素酸触媒の存在下に反応すればよい。しかし、取り扱いの困難な過塩素酸を触媒として用いる必要があり、工業的な製造方法として適していない。

【0047】

3. の方法でテトラキストリメチルシロキシシランを合成するには、テトラエトキシシランとヘキサメチルジシロキサンを、酸性のイオン交換樹脂の存在下に反応すればよい。しかし、反応率を上げるためには大過剰のヘキサメチルジシロキサンを用いる必要がある。また、メチルトリメチコンの合成においても反応中間体の1, 1, 1, 3, 5, 5, 5-ヘプタメチル-3-エトキシトリシロキサン（ $\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_2\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)\text{CH}_3$ 、以下M2T（OEt）と略す）が大量に残るという欠点がある。

【0048】

さらに、ケイ素上にトリメチルシロキシ基を導入する場合、メチルトリメチコンの時にはトリメチルシロキシ基を3個導入することになるが、2個目よりも3個目の反応性が低くなる。テトラキストリメチルシロキシシランを合成する場合にはトリメチルシロキシ基を4個導入することになるため、4個目のトリメチルシロキシ基の反応性が、メチルトリメチコン合成における3個目のトリメチルシロキシ基の反応性よりもさらに低くなると考えられる。従って、テトラキストリメチルシロキシシランを同様に合成した場合、反応中間体のM3Q（OEt）の

残留量がより多くなると考えられ、高純度なテトラキストリメチルシロキシシランを得る方法としては適していない。

【0049】

4. の方法でテトラキストリメチルシロキシシランを合成するには、テトラアルコキシシランとヘキサメチルジシロキサンを、カルボン酸と酸触媒の存在下に反応すればよい。しかし、メチルトリメチコンの合成において反応中間体のM2T(OEt)が残ってしまうことから、テトラキストリメチルシロキシシランを同様に合成した場合、反応中間体のM3Q(OEt)の残留量がより多くなると考えられ、高純度なテトラキストリメチルシロキシシランを効率良く得る方法として満足すべきものではない。

【0050】

5. の方法でテトラキストリメチルシロキシシランを合成するには、テトラメトキシシラン、ヘキサメチルジシロキサン及びメタノール中に濃硫酸を添加した後、水とメタノールの混合物を滴下して反応すればよい。しかし、上記と同様にメチルトリメチコンの合成において反応中間体の $\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_2\text{Si}(\text{CH}_3)\text{OCH}_3$ (以下M2T(OMe)と略す)が残ってしまうことから、テトラキストリメチルシロキシシランを同様に合成した場合、反応中間体のM3Q(OMe)の残留量がより多くなると考えられ、高純度なテトラキストリメチルシロキシシランを効率良く得る方法として満足すべきものではない。

【0051】

また、何れの方法においても、反応中間体である1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-メトキシ(またはエトキシ)トリシロキサンのメトキシ基(またはエトキシ基)が加水分解された不純物、すなわち、M3Q(OH)の副生量を制御することについては何ら示唆されていない。

【0052】

目的物であるテトラキストリメチルシロキシシランを効率良く得るためには、反応中間体であるM3Q(OMe)やM3Q(OEt)の残留量を少なくすることによって反応収率を向上すること、反応中間体や出発原料の縮合物である高沸点物($\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_3\text{SiOSi}\{\text{OSi}(\text{CH}_3)_3\}_3$ 等)の副

生を少なくすることによって反応収率を向上させることが必要である。さらに、目的物に対してより沸点の近い副生物であるM3Q(OH)の残留量を少なくすることにより、蒸留精製工程の効率を向上させることが高純度品の収量を増加させるために重要である。

【0053】

この不純物のリテンションタイムは、島津製ガスクロマトグラフィー装置GC14Bを用い、カラム充填剤として商品名SE30、液相3%品、カラム内径5mm、長さ3m、検出器TCD、インジェクション温度80℃、80℃での保持時間1分、昇温速度15℃/分、最終温度300℃で分析したとき、M3Q(OMe)が6.2分、M3Q(OEt)が6.3分、M3Q(OH)が6.6分、テトラキストリメチルシロキシシランが7.5分、高沸点成分は10.5分～13.0分の間に数本検出される。これらの反応中間体、及びM3Q(OH)と目的物であるテトラキストリメチルシロキシシランのリテンションタイムがこのように非常に近いことから、これら成分の生成量が蒸留精製工程の効率を左右することになる。逆に従来技術でテトラキストリメチルシロキシシランの沸点を記載して配合可能な原料例として記載された文献があるが、M3Q(OH)はこのように沸点が近接しているため、本発明で用いるような高純度化処理をしない場合は、M3Q(OH)が混入した形で使用されている可能性が高く、化粧品的には品質安定性、感触安定性の悪いものを使用していることになる。

【0054】

さらに、上記の従来公知の何れの合成方法においても、反応中間体であるM3Q(OMe)やM3Q(OEt)のメトキシ基やエトキシ基が加水分解された不純物、すなわち、M3Q(OH)の副生量を制御することについては文献等には何ら記載も示唆もされていない。

【0055】

以上をまとめると、目的物であるテトラキストリメチルシロキシシランを効率良く、精製度合が高いものとして得るためには、反応中間体であるM3Q(OMe)やM3Q(OEt)の残留量を少なくすることによって反応収率を向上すること、反応中間体の縮合物である高沸点物 ($\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_3\text{SiOS}$

i {OSi(CH₃)₃}₃等)の副生を少なくすることによって反応収率を向上させることが必要であり、さらに、目的物に対してより沸点の近い副生物であるM3Q(OH)の残留量を少なくすることにより、蒸留精製工程の効率を向上させることが高純度テトラキストリメチルシロキシシランの収量を増加させるために重要であり、化粧料に配合するテトラキストリメチルシロキシシランの製造方法として好適であることが判る。

【0056】

以上の様に、高純度テトラキストリメチルシロキシシランを収率良く、精製度合が高く製造する方法、特に化粧品油剤として用いるための高純度なテトラキストリメチルシロキシシランを効率良く、精製度合が高く製造する方法は従来知られておらず、従来公知のテトラキストリメチルシロキシシランの製造方法は収率に問題がある上に、化粧品に配合した際に官能特性上、品質安定上の問題があったが、今回の検討により初めて化粧料に問題なく配合できる品質となったものである。

【0057】

本発明の化粧料では、こうして得られた高純度テトラキストリメチルシロキシシランを用いて検討を行った。本化粧料で用いた高純度テトラキストリメチルシロキシシランの物性データは以下の通りである。また、感触的にはドライフィールがなく、すべり性に優れ、やややわらかな感触を示す。

外観；無色透明な液体

沸点；215℃(1気圧)、89.5～90.0℃/1.3kPa

粘度(25℃)；3.1mm²/s

比重(25℃)；0.864

屈折率(25℃)；1.387

凝固点；-70℃以下

【0058】

本発明の化粧料では、上記の高純度テトラキストリメチルシロキシシランと共にメチルトリメチコンを配合することが好ましい。上記テトラキストリメチルシロキシシランは化粧料の溶媒としては揮発性が低い傾向にあり、単独で使用する

と化粧品への配合量や剤型によつては化粧品に油性感でたりする場合がある。これに対して揮発性が高い化合物であるメチルトリメチコンを高純度テトラキストリメチルシロキシシランと共に併用して化粧品に配合すると、揮発性を効果的に改善することが可能となり、油性感の改善などの塗布感触だけでなく、製剤の安定性等に特に優れた化粧品が得られるので併用することが好ましい。本発明で用いるメチルトリメチコンは、化学式 $\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_3\text{SiCH}_3$ で示される揮発性シリコン化合物であり、凝固点は -82.8°C 、沸点 (1 気圧) は 190°C である。メチルトリメチコンの製造方法としては公知の方法が挙げられる。例えば、メチルトリクロロシランとトリメチルクロロシランを共加水分解することによって得ることができる。モル比はメチルトリクロロシラン 1 モルに対して少なくとも 3 モルのトリメチルクロロシランが必要である。また、メチルトリメチコンは、ヘキサメチルジシロキサンとメチルトリアルコキシシランを酸性触媒下に加水分解することによっても得ることができる。メチルトリアルコキシシランとしてはメチルトリメトキシシランあるいはメチルトリエトキシシラン、メチルトリプロポキシシラン、メチルトリブトキシシランが好ましい。また、酸性触媒としては硫酸、メタンスルホン酸、トリフロロメタンスルホン酸、イオン交換樹脂があげられエタノール、イソプロピルアルコールなどを溶剤として反応を行う。モル比はメチルトリアルコキシシラン 1 モルに対して少なくとも 1.5 モルのヘキサメチルジシロキサンが必要である。さらに、メチルトリメチコンは、 $(\text{CH}_3)_3\text{SiOSi}(\text{X})(\text{CH}_3)\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ と、 $(\text{CH}_3)_3\text{SiY}$ とから、脱水素、脱塩酸、脱アルコール反応等によっても得ることができる。(但し、X, Y は水素、塩素、およびアルキコシ基、水酸基からなる群より選択される基である。)

【0059】

本発明で用いるメチルトリメチコンも蒸留などにより精製されたものを用いることが好ましい。合成時に混入してくる珪素数 1 ~ 3 の化合物の一部には、皮膚の感覚刺激の一種と考えられるスティングングと呼ばれる刺激が発生することが多く、純度が低いとスティングングが発生する場合がある。本発明で用いるメチルトリメチコンの純度は 99.5 質量%以上、より好ましくは 99.9 質量%以

上のものを用いることが好ましい。

【0060】

本発明では、高純度テトラキストリメチルシロキシシランとメチルトリメチコンの配合量の比が、それぞれ5：95～90：10の範囲にあるように配合することが好ましい。この範囲であれば揮発性をコントロールし、油性感を減少させ、かつ安定性の高い化粧料が得られる。また、本発明の化粧料では、高純度テトラキストリメチルシロキシシラン、または高純度テトラキストリメチルシロキシシランとメチルトリメチコンの合計の配合量が化粧料の総量に対して、好ましくは0.1～90質量%の範囲にあること、より好ましくは0.5～60質量%の範囲にあることが好ましい。この範囲であれば、揮発性溶媒の特性を実感可能な化粧料が得られる。また、高純度テトラキストリメチルシロキシシランおよびメチルトリメチコンは従来使用されてきた揮発性シリコーンに特有なドライフィール（乾燥感）が大幅に軽減されていることも特徴の一つとなっており、使用時の安全性向上、使用感向上に役立っている。

【0061】

本発明の化粧料では、高純度テトラキストリメチルシロキシシラン、または高純度テトラキストリメチルシロキシシランとメチルトリメチコンと共に、各種の揮発性溶媒を併用することが可能である。テトラキストリメチルシロキシシランは通常化粧品に汎用されているデカメチルシクロペンタシロキサンと比べてもやや揮発性に劣るため、同時に用いる揮発性溶媒は、より沸点の低いものと組み合わせると、化粧料の感触がさっぱりし、油性感がなくなり、塗布感が向上するメリットがある。例えばエチルアルコール、イソプロピルアルコールなどの低級アルコールとの組み合わせが好ましく、特にエチルアルコールは揮発性が高く、共沸効果により上記の揮発性シリコーンの揮発速度を向上させる効果に優れるため、よりさっぱりした感触を与えることが可能である。一方、イソドデカン、イソデカン、イソヘキサデカン、イソパラフィン、直鎖状揮発性シリコーン、テルペン類から選ばれる1種以上を配合することも好ましい。この内、特にイソドデカン、イソデカン、イソヘキサデカンは揮発速度が速く、上記の揮発性シリコーンと組み合わせると、持続的に揮発が継続するような剤型を作ることが可能となる。

。尚、イソドデカン、イソデカン、イソヘキサデカンは肌上で閉塞されると皮膚刺激が発生する問題があるため、閉塞性が少なくなるように処方上の工夫をすることが好ましい。本発明では、これらのエチルアルコール、またはイソドデカン、イソデカン、イソヘキサデカンの揮発性溶媒と、上記の本発明で用いる高純度テトラキストリメチルシロキシシラン、または高純度テトラキストリメチルシロキシシランとメチルトリメチコンの揮発性シリコーンとを質量比で、10:90～90:10の範囲で用いることが好ましい。

【0062】

本発明の化粧料では、上記の高純度テトラキストリメチルシロキシシラン、または高純度テトラキストリメチルシロキシシランとメチルトリメチコンの揮発性シリコーンと共に、シリコーン樹脂、シリコーン変性有機粘剤、フッ素変性シリコーン樹脂、ポリアミド変性シリコーン、アクリル化シリコーン、アルキル・アクリル共変性シリコーン、シリコーン化プルラン、ウレタン変性シリコーン、アルキル変性シリコーンなどのシリコーン系材料と組み合わせて用いることが好ましい。これらのシリコーン系材料は従来低粘度ジメチルポリシロキサンや環状シリコーンといった油剤に溶解して使用されてきたが、本発明の揮発性シリコーンにはより高い濃度で溶解させることができ、結果としてキャリアーオーバー成分の量が減らせることから、処方の自由度を上げられるメリットがある。本発明では、この内、特に高純度テトラキストリメチルシロキシシランとメチルトリメチコンとの相性に優れるシリコーン樹脂、シリコーン変性有機粘剤、フッ素変性シリコーン樹脂と組み合わせて使用することが好ましい。本発明では、これらの樹脂成分は化粧料中に化粧料の総量に対して0.3～20質量%の範囲で使用する事が好ましい。この範囲であれば、シリコーン樹脂の特性を生かした、化粧持続性に優れた製剤を得ることが可能である。尚、これらの化合物はシリコーン鎖またはシリコーン樹脂を各種の変性基で変性したシリコーン化合物にあたり、これらの詳細は、特開昭61-161211号、特開平4-312511号、特開平2-42008号、特開平9-25218号、特開2003-55155号、特開昭59-20360号、特開平9-110633号、特開平6-9332号、特開平10-29921号、フランス国特許第2708199号、特開平3-2

64510号、特開平4-66513号、特開平5-262987号、特開平5-19414.7号などの公報等に記載のあるものを用いることができる。

【0063】

さらに、本発明の化粧料は、高純度テトラキストリメチルシロキシシラン、または高純度テトラキストリメチルシロキシシランとメチルトリメチコンの揮発性シリコーンと共に、分岐シリコーン型ポリグリセリル変性シリコーン、分岐シリコーン型ポリエーテル変性シリコーン、アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、架橋型ポリグリセリル変性シリコーン、糖変性シリコーン、グリセリル変性シリコーンの1種以上を配合することができ、特に分岐シリコーン型ポリグリセリル変性シリコーン、分岐シリコーン型ポリエーテル変性シリコーン、アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、架橋型ポリグリセリル変性シリコーンの1種以上を配合することが好ましい。これらの成分は、上記の揮発性シリコーンとの相溶性にも優れており、安定な乳化物を形成するのに役立つ。これらの成分は化粧料の総量に対して、好ましくは0.05~20質量%、より好ましくは0.1~10質量%の範囲で使用することが好ましい。尚、これらの化合物の詳細は、例えば特開2002-179548号、特開2002-179797号、特開2002-179798号、特開2002-154917号、特開平7-252122号、特開平9-175928号、特公昭44-4679号、特開昭57-14797号、特開昭55-18424号公報、特開平10-182354号、特開2001-2555号、特開2000-63233号、特開平6-145023号、特開平7-187945号、特開平5-112424号、特開平9-71504号などの公報などに記載のあるものを用いることができる。

【0064】

本発明の化粧料では、上記の各成分以外に、通常化粧料に使用される各種の成分、例えば顔料、油剤、界面活性剤、紫外線防御成分、防腐剤、香料、保湿剤、増粘剤、塩類、溶媒、酸化防止剤、キレート剤、中和剤、pH調整剤、昆虫忌避剤、生理活性成分等の各種成分を、本発明の目的を損なわない範囲で使うことができる。

【0065】

本発明で用いる顔料の例としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、その形状（球状、棒状、針状、板状、不定形状、鱗片状、紡錘状等）や粒子径（煙霧状、微粒子、顔料級等）、粒子構造（多孔質、無孔質等）を問わず、いずれのものも使用することができ、例えば無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等があげられ、具体的には、無機粉体としては、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化ボロン、シリカ等；有機粉体としては、ポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、ポリテトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12ナイロン、6ナイロン、アクリルパウダー、アクリルエラストマー、ポリメチルシルセスキオキサン、ポリアルキルシルセスキオキサン、スチレン・アクリル酸共重合体、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネイト樹脂、微結晶繊維粉体、デンプン末、ラウロイルリジン等；

【0066】

界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セチルリン酸亜鉛、セチルリン酸カル

シウム、セチルリン酸亜鉛ナトリウム等；有色顔料としては、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、 γ -酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した合成樹脂粉体等；パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、酸化チタン被覆着色雲母等；金属粉末顔料としては、アルミニウムパウダー、銅パウダー、ステンレスパウダー等；タール色素としては、赤色 3 号、赤色 104 号、赤色 106 号、赤色 201 号、赤色 202 号、赤色 204 号、赤色 205 号、赤色 220 号、赤色 226 号、赤色 227 号、赤色 228 号、赤色 230 号、赤色 401 号、赤色 505 号、黄色 4 号、黄色 5 号、黄色 202 号、黄色 203 号、黄色 204 号、黄色 401 号、青色 1 号、青色 2 号、青色 201 号、青色 404 号、緑色 3 号、緑色 201 号、緑色 204 号、緑色 205 号、橙色 201 号、橙色 203 号、橙色 204 号、橙色 206 号、橙色 207 号等；天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から選ばれる顔料が挙げられる。

【0067】

これらの顔料は例えばフッ素化合物処理（パーフルオロアルキルリン酸エステル処理やパーフルオロアルキルシラン処理、パーフルオロポリエーテル処理、フルオロシリコーン処理、フッ素化シリコーン樹脂処理が好ましい）、シリコーン処理（メチルヒドロジェンポリシロキサン処理、ジメチルポリシロキサン処理、気相法テトラメチルテトラヒドロジェンシクロテトラシロキサン処理が好ましい）、シリコーン樹脂処理（トリメチルシロキシケイ酸処理が好ましい）、ペンダント処理（気相法シリコーン処理後にアルキル鎖などを付加する方法）、シランカップリング剤処理、チタンカップリング剤処理、シラン処理（アルキルシランやアルキルシラザン処理が好ましい）、油剤処理、N-アシル化リジン処理

、ポリアクリル酸処理、金属石鹸処理（ステアリン酸やミリスチン酸塩が好ましい）、アクリル樹脂処理、金属酸化物処理、寒天処理、デオキシリボ核酸処理などで表面処理されていることが好ましく、さらに好ましくは、これらの処理を複数組み合わせて用いることが好ましい。

【0068】

本発明では、無機系および有機系の紫外線防御成分を使用することが可能である。無機系の紫外線防御成分の例としては、例えば二酸化チタン、低次酸化チタン、酸化亜鉛、酸化セリウム、活性封鎖型酸化セリウムなどの金属酸化物、水酸化鉄などの金属水酸化物、板状酸化鉄、アルミニウムフレークなどの金属フレーク類、炭化珪素などのセラミック類が挙げられる。このうち、平均粒子径が5～100nmの範囲にある微粒子金属酸化物もしくは微粒子金属水酸化物から選ばれる少なくとも一種であることが特に好ましい。また、上記の顔料のように各種の表面処理がされていても構わない。また、有機系紫外線防御成分の例としては、例えばパラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル（別名；パラメトキシケイ皮酸オクチル）、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-硫酸、2,2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、p-メトキシヒドロケイ皮酸ジエタノールアミン塩、パラミノ安息香酸（以後、PABAと略す）、エチルジヒドロキシプロピルPABA、グリセリルPABA、サリチル酸ホモメンチル、メチルーO-アミノベンゾエート、2-エチルヘキシル-2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリレート、オクチルジメチルPABA、サリチル酸オクチル、2-フェニル-ベンズイミダゾール-5-硫酸、サリチル酸トリエタノールアミン、3-(4-メチルベンジリデン)カンフル、2,4-ジヒドロキシベンゾフェニン、2,2',4,4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロキシ-4,4'-ジメトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-N-オクトキシベンゾフェノン、4-イソプロピルジベンズイルメタン、4-tert-ブチル-4'-メトキシジベンズイルメタン、オクチルトリアゾン、4-(3,4-ジメトキシフェニルメチレン)-2,5-ジオキソ-1-イミダゾリジンプロピオン酸2-エチルヘキシル、これらの高分子誘導体、及びシラン誘導体等が挙げられる。また、有

機系紫外線防御成分がポリマー粉末中に封止されたものを用いることも可能である。ポリマー粉末は中空であってもなくても良く、平均一次粒子径としては0.1~50 μm の範囲にあれば良く、粒度分布はブロードであってもシャープであっても構わない。ポリマーの種類としてはアクリル樹脂、メタクリル樹脂、スチレン樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート、シリコーン樹脂、ナイロン、アクリルアミド樹脂等が挙げられる。これらのポリマー粉末中に、粉末質量の0.1~30質量%の範囲で有機系紫外線防御成分を取り込ませた粉末が好ましく、特にUVA吸収剤である4-tert-butyl-4'-methoxybenzoylmethaneを配合することが好ましい。

【0069】

上記の紫外線防御成分のうち、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル、4-tert-butyl-4'-methoxybenzoylmethane、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤からなる群より選ばれる少なくとも1種が、汎用されており、入手が容易で、かつ紫外線防御効果が高いので、好ましい。特に、無機系と有機系を併用することが好ましい。また、UV-Aに対応したものとUV-Bに対応したものを組み合わせて用いることも好適である。

【0070】

本発明で用いる油剤の例としては、例えばアボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カポックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、セラックロウ、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パーシク油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、

羊脂、落花生油、ラノリン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル、卵黄油等；炭化水素油として、オゾケライト、スクワラン、スクワレン、セレシン、パラフィン、パラフィンワックス、流動パラフィン、プリスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等；高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸（EPA）、ドコサヘキサエン酸（DHA）、イソステアリン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等；高級アルコール系の油剤としては、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、フィトステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル（バチルアルコール）、モノオレイルグリセリルエーテル（セラキルアルコール）等；

【0071】

エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、ジ-2-エチルヘキサン酸エチレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリ-2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、イソノナン酸イソノニル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソ

プロピル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒドロキシステアрил酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリル等；グリセライド油としては、アセトグリセリル、トリイソオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、トリ（カプリル・カプリン酸）グリセリン、モノステアリン酸グリセリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリル、トリミリスチン酸グリセリル、ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセリル等が挙げられる。

【0072】

また、ジメチルオルガノポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、アミノ変性オルガノポリシロキサン、アルコール性水酸基含有オルガノポリシロキサン、メチルまたはフェニル以外のアルキル変性オルガノポリシロキサン、アモジメチコン等のシリコン油は高純度テトラキストリメチルシロキシシランとの相溶性に優れることから好ましく用いることができる。また、これらのシリコンのシリコン鎖長に制限はなく、重合度で1～30000位の範囲であれば用いることが可能である。

【0073】

また、フッ素変性シリコン、パーフルオロポリエーテル、フッ化ピッチ、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタンなどのフルオロカーボン、フルオロアルコール、パーフルオロアルキルアルキルエーテルなどのフッ素系油剤を配合することも可能であり、特徴のある製剤が得られる。特にフッ素変性シリコン、パーフルオロアルキルビフェニル変性シリコンやパーフルオロポリエーテルが汎用性に富むことから好ましい。

【0074】

本発明で用いる保湿剤としては、例えばソルビトール、マルトース、マルチトール等の糖アルコール等、ステロールとして、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等、ブドウ糖、ショ糖、乳糖、ラフィノース、トレハロース、キシリトール、グリセリン、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、1, 3-ブチレングリコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ジグリセリン、ポリグリセリン、ヒアルロン酸及びその塩、コンドロイチン硫酸及びその塩、ピロリドンカルボン酸塩、ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ポリオキシプロピレンメチルグルコシド、エチルグルコシド等が挙げられる。

【0075】

本発明で用いる増粘剤としては、アラビアゴム、トラガカント、アラビノガラクトタン、ローカストビーンガム（キャロブガム）、グアーガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインスシード（マルメロ）、デンプン（コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ）、アルゲコロイド、トラントガム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチルエーテル、ポリビニルピロリドン、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリエチレングリコール等のポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリル酸アミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマー、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ラボナイ

ト、スメクタイト、サポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機系増粘剤などが挙げられる。また、他の増粘剤として、油溶性ゲル化剤があり、例えば、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリスレート等の金属セッケン、N-ラウロイル-L-グルタミン酸、 α , γ -ジ- n -ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリナイト、オクタデシルジメチルベンジルアンモニウムモンモリナイト等の有機変性粘土鉱物等から選ばれる少なくとも1種のゲル化剤を用いることができる。

【0076】

界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、特に制限されるものではなく、製剤の種類によって適宜選択され、常の化粧料に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。以下に具体的に例示すると、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合等のカルボン酸塩、アルキルスルホン酸、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩とそのホルマリン縮合物のスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤等；カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ピリジウム塩、イミ

ダゾリウム塩等；非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等；両性界面活性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体等が挙げられる。界面活性剤の配合量としては、化粧料の総量に対して0.1～20質量%が好ましく、更に好ましくは0.5～10質量%である。また、界面活性剤は1種、または2種以上を用いることが可能である。

【0077】

また、防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、トリクロサン、感光素、フェノキシエタノール等がある。

【0078】

本発明で用いる生理活性成分としては、皮膚に塗布した場合に皮膚に何らかの生理活性を与える物質が挙げられる。例えば、抗炎症剤、老化防止剤、紫外線防御剤、ひきしめ剤、抗酸化剤、発毛剤、育毛剤、保湿剤、血行促進剤、抗菌剤、殺菌剤、乾燥剤、冷感剤、温感剤、ビタミン類、アミノ酸、創傷治癒促進剤、刺激緩和剤、鎮痛剤、細胞賦活剤、酵素成分等が挙げられる。その中でも、天然系

の植物抽出成分、海藻抽出成分、生薬成分が特に好ましい。本発明では、これらの生理活性成分を1種、または2種以上配合することが好ましい。

【0079】

これらの生理活性成分としては、例えばアシタバエキス、アボガドエキス、アマチャエキス、アルテアエキス、アルニカエキス、アロエエキス、アンズエキス、アンズ核エキス、イチョウエキス、ウイキョウエキス、ウコンエキス、ウーロン茶エキス、エイジツエキス、エチナシ葉エキス、オウゴンエキス、オウバクエキス、オウレンエキス、オオムギエキス、オトギリソウエキス、オドリコソウエキス、オランダカラシエキス、オレンジエキス、海水乾燥物、海藻エキス、加水分解エラスチン、加水分解コムギ末、加水分解シルク、カモミラエキス、カロットエキス、カワラヨモギエキス、甘草エキス、カルカデエキス、カキョクエキス、キウイエキス、キナエキス、キューカンバーエキス、グアノシン、クチナシエキス、クマザサエキス、クララエキス、クルミエキス、グレープフルーツエキス、クレマティスエキス、クロレラエキス、クワエキス、ゲンチアナエキス、紅茶エキス、酵母エキス、ゴボウエキス、コメヌカ発酵エキス、コメ胚芽油、コンフリーエキス、コラーゲン、コケモモエキス、サイシンエキス、サイコエキス、サイタイ抽出液、サルビアエキス、サボンソウエキス、ササエキス、サンザシエキス、サンショウエキス、シイタケエキス、ジオウエキス、シコンエキス、シソエキス、シナノキエキス、シモツケソウエキス、シャクヤクエキス、ショウブ根エキス、シラカバエキス、スギナエキス、セイヨウキズタエキス、セイヨウサンザシエキス、セイヨウニワトコエキス、セイヨウノコギリソウエキス、セイヨウハッカエキス、セージエキス、ゼニアオイエキス、センキュウエキス、センブリエキス、ダイズエキス、タイソウエキス、タイムエキス、茶エキス、チョウジエキス、チガヤエキス、チンピエキス、トウキエキス、トウキンセンカエキス、トウニンエキス、トウヒエキス、ドクダミエキス、トマトエキス、納豆エキス、ニンジンエキス、ニンニクエキス、ノバラエキス、ハイビスカスエキス、バクモンドウエキス、ハスエキス、パセリエキス、蜂蜜、ハマメリスエキス、パリエタリアエキス、ヒキオコシエキス、ビサボロール、ビワエキス、フキタンポポエキス、フキノトウエキス、ブクリョウエキス、ブッチャーブルームエキス、ブドウエキ

ス、プロポリス、ヘチマエキス、ベニバナエキス、ペパーミントエキス、ボダイジュエキス、ボタンエキス、ホップエキス、マツエキス、マロニエエキス、ミズバショウエキス、ムクロジエキス、メリッサエキス、モモエキス、ヤグルマギクエキス、ユーカリエクス、ユキノシタエキス、ユズエキス、ヨクイニンエキス、ヨモギエキス、ラベンダーエキス、リンゴエキス、レタスエキス、レモンエキス、レンゲソウエキス、ローズエキス、ローズマリーエキス、ローマカミツレエキス、ローヤルゼリーエキス等を挙げることができる。

【0080】

また、デオキシリボ核酸、ムコ多糖類、ヒアルロン酸ナトリウム、コンドロイチン硫酸ナトリウム、コラーゲン、エラスチン、キチン、キトサン、加水分解卵殻膜などの生体高分子、グリシン、ヴァリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオニン、フェニルアラニン、アルギニン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸、シスチン、システイン、メチオニン、トリプトファン等のアミノ酸、エストラジオール、エテニルエストラジオールなどのホルモン、アミノ酸、乳酸ナトリウム、尿素、ピロリドンカルボン酸ナトリウム、ベタイン、ホエイなどの保湿成分、スフィンゴ脂質、セラミド、コレステロール、コレステロール誘導体、リン脂質などの油性成分、 ϵ -アミノカプロン酸、グリチルリチン酸、 β -グリチルレチン酸、塩化リゾチーム、グアイアズレン、ヒドロコルチゾン、アラントイン、トラネキサム酸、アズレン等の抗炎症剤、ビタミンA, B₂, B₆, C, D, E, パントテン酸カルシウム、ビオチン、ニコチン酸アミド、ビタミンCエステル等のビタミン類、アラントイン、ジイソプロピルアミンジクロロアセテート、4-アミノメチルシクロヘキサンカルボン酸等の活性成分、トコフェロール、カロチノイド、フラボノイド、タンニン、リグナン、サポニン、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン、フィチン酸等の抗酸化剤、 α -ヒドロキシ酸、 β -ヒドロキシ酸などの細胞賦活剤、 γ -オリザノール、ビタミンE誘導体などの血行促進剤、レチノール、レチノール誘導体等の創傷治癒剤、セファランチン、カンゾウ抽出物、トウガラシチンキ、ヒノキチオール、ヨウ化ニンニクエキス、塩酸ピリドキシン、d l- α -トコフェロール、酢酸d l- α -トコフェロール、ニコチン酸、ニコチン酸誘導体、パントテン酸カルシウム

、D-パントテニルアルコール、アセチルパントテニルエチルエーテル、ビオチン、アラントイン、イソプロピルメチルフェノール、エストラジオール、エチニルエステラジオール、塩化カプロニウム、塩化ベンザルコニウム、塩酸ジフェンヒドラミン、タカナール、カンフル、サリチル酸、ノニル酸バニリルアミド、ノナン酸バニリルアミド、ピロクトンオラミン、ペンタデカン酸グリセリル、1-メントール、カンフルなどの清涼剤、モノニトログアヤコール、レゾルシン、 γ -アミノ酪酸、 γ -アミノ- β -ヒドロキシ酪酸、塩化ベンゼトニウム、塩酸メキシレチン、オーキシシン、女性ホルモン、カンタリスチンキ、シクロスポリン、ジンクピリチオン、ヒドロコルチゾン、ミノキシジル、モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン、ハッカ油、ササニシキエキス等の育毛剤等が挙げられる。

【0081】

pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、d-1-リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等が挙げられ、またキレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等が挙げられる。

【0082】

溶媒の例としては、精製水、ミネラルウォーター、海洋深層水等の水以外に、軽質流動イソパラフィン、エーテル類、LPG、N-メチルピロリドン、次世代フロン等が挙げられる。

【0083】

本発明の化粧料の用途は、特に限定は無く、スキンケア製品、頭髮製品、制汗剤製品、メイクアップ製品、紫外線防御製品、香料製品等が好ましい用途として挙げられる。例えば、乳液、クリーム、ローション、カラミンローション、サンスクリーン剤、化粧下地料、サンタン剤、アフターシェーブローション、プレシェーブローション、パック料、クレンジング料、洗顔料、アクネ対策化粧料、エッセンスなどの基礎化粧料、ファンデーション、白粉、アイシャドウ、アイライナー、アイブロー、チーク、ネイルカラー、リップクリーム、口紅などのメイクアップ化粧料、シャンプー、リンス、コンディショナー、ヘアカラー、ヘアトニ

ック、セット剤、ボディーパウダー、育毛剤、デオドラント、脱毛剤、石鹸、ボディーシャンプー、入浴剤、ハンドソープ、香水などがあげられる。

【0084】

また、製品の形態についても特に限定は無く、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、粉末状、多層状、ムース状、スプレー状等であってよい。

【0085】

【実施例】

以下、実施例、比較例を用いて本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらによって限定されるものではない。

また、以下で配合量の単位は特に断らない限り質量%を用いている。

【0086】

〔皮膚有用性評価〕

専門パネラーを各評価品目ごとに10名ずつ用意し（但し、品目によりパネラーが重複する場合もある）、表1に示す評価基準に従って評価を行い、全パネラーの合計点数を以って評価結果とした。従って、点数が高いほど評価項目に対する有用性が高いことを示す。（満点：50点）

【0087】

〔表1〕

基 準	点 数
効果が高いように感じられる	5
効果が感じられる	4
効果はやや感じられる	3
効果はわずかしかな感じられない	2
効果が感じられない	1

【0088】

製造実施例（テトラキストリメチルシロキシシランの製造）

表2、表3に示される仕込み比にて、下記工程1～6に従って加水分解反応を行いテトラキストリメチルシロキシシランを得た。

【0089】

下記工程により、テトラキストリメチルシロキシシランを製造した。

(工程1) 1000mlの4つ口ガラスフラスコに還流冷却器、温度計、及び攪拌機を取り付け、内部を窒素置換した。このフラスコに、ヘキサメチルジシロキサンとアルコールを仕込み、氷水浴で冷却し内温を10℃とした。

(工程2) ここに、酸触媒を内温10℃に保って30分で滴下し、そのまま10℃の温度で30分間攪拌した。

(工程3) 続いて、アルコキシシランを内温10℃に保って45分で滴下し、そのままの温度で1時間攪拌した。

(工程4) 水を内温10℃に保って1時間かけて滴下した。滴下終了後、更に5～25℃で1時間攪拌した。

(工程5) 内温が50℃になるよう加熱し、2時間攪拌した。

(工程6) 得られた反応液を分液して水層を分離した後、有機層を重曹水、ついで水により洗浄した。(得られた有機層をガスクロマトグラフィー分析した結果を表2、表3に示す。)

【0090】

得られた有機層を蒸留して沸点89.5～90.0℃/1.3kPaの留分を取り出し、純度99.5%以上の高純度テトラキストリメチルシロキシシランを得た。

【0091】

[ガスクロマトグラフィー分析条件]

使用装置：島津製GC14B

カラム充填剤：商品名SE30(液相3%品、カラム内径5mm、長さ3m)

検出器：TCD

カラムインジェクション温度：80℃、80℃での保持時間1分、昇温速度15℃/分、最終温度300℃

【0092】

[蒸留条件]

蒸留装置は充填剤マクマホンを用い、内径 2 . 5 c m、長さ 7 0 c m の蒸留塔を使用した。不純物、及び目的物の同定は、マススペクトルと NMR 分析で行った。

【 0 0 9 3 】

[表 2]

	仕込み物	製造実施例 1	製造実施 例 2	製造実施例 3	製造実施例 4
工程 1	ヘキサメチルジシロキサン	486.0g (3.0 ㍓)	648.0 (4.0 ㍓)	486.0g (3.0 ㍓)	486.0g (3.0 ㍓)
	アルコール	メタノール 96.0g (3.0 ㍓)	メタノール 96.0g (3.0 ㍓)	なし	エタノール 46.0g (1.0 ㍓)
工程 2	酸触媒	濃硫酸 9.8g (0.1 ㍓)	濃硫酸 9.8g (0.1 ㍓)	濃硫酸 9.8g (0.1 ㍓)	トリフロメタン スルホン酸 7.5g (0.05 ㍓)
工程 3	テトラメチルシラン	152.0g (1.0 ㍓)	152.0g (1.0 ㍓)	—	—
	テトラエチルシラン	—	—	208.0g (1.0 ㍓)	208.0g (1.0 ㍓)
工程 4	水	90.0g (5.0 ㍓)	90.0g (5.0 ㍓)	90.0g (5.0 ㍓)	72.0g (4.0 ㍓)
分析結果					
途中有機層 分析 (GC 分析結果) (面積%)	M3Q(OMe)	5.2	1.8	—	—
	M3Q(OEt)	—	—	4.5	6.7
	M3Q(OH)	1.1	0.3	0.9	1.8
	テトラキストリメチルシロキ シラン	91.7	97.2	93.4	89.6
	高沸点物	2.0	0.7	1.2	1.9
蒸留結果	収量 (g)	332.2	361.0	344.1	316.0
	収率 (%)	86.5	94.0	89.6	82.3
	ポット収率 (%)	39.8	36.3	41.0	40.9
最終精製物 の GC 分析 結果 (面積%)	M3Q(OMe)	0.1 未満	0.1 未満	—	—
	M3Q(OEt)	—	—	0.1 未満	0.1 未満
	M3Q(OH)	0.1 未満	0.3	0.2	0.1 未満
	テトラキストリメチルシロキ シラン	99.9 以上	99.7	99.8	99.9 以上
	高沸点物	0.1 未満	0.1 未満	0.1 未満	0.1 未満

【0094】

[表 3]

	仕込み物	製造実施例 5	製造実施 例 6
工程 1	ヘキサメチルシラン	405.0g (2.5 ㍓)	486.0 (3.0 ㍓)
	アルコール	メタノール 96.0g (3.0 ㍓)	エタノール 46.0g (1.0 ㍓)
工程 2	酸触媒	濃硫酸 19.6g (0.2 ㍓)	濃硫酸 9.8g (0.1 ㍓)
工程 3	テトラメチシラン	152.0g (1.0 ㍓)	—
	テトラエチシラン	—	152.0g (1.0 ㍓)
工程 4	水	90.0g (5.0 ㍓)	144.0g (8.0 ㍓)
分析結果			
途中有機層 分析 (GC 分析結果) (面積%)	M3Q(OMe)	8.7	—
	M3Q(OEt)	—	4.4
	M3Q(OH)	3.1	0.6
	テトラメチルシラン	84.2	94.1
	高沸点物	4.0	0.9
蒸留結果	収量 (g)	309.1	346.4
	収率 (%)	80.5	90.2
	ポット収率 (%)	40.5	41.3
最終精製物 の GC 分析 結果 (面積%)	M3Q(OMe)	0.1 未満	—
	M3Q(OEt)	—	0.1 未満
	M3Q(OH)	0.1 未満	0.2
	テトラメチルシラン	99.9 以上	99.8
	高沸点物	0.1 未満	0.1 未満

【0095】

但し、 $M3Q(OMe) = \{(CH_3)_3SiO\}_3SiOCH_3$ $M3Q(OEt) = \{(CH_3)_3SiO\}_3SiOCH_2CH_3$

M3Q(OH) = $\{(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\}_3\text{SiOH} : 1, 1, 1, 5$
、5、5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキ
サン

とする。また、収率は目的物であるテトラキストリメチルシロキシシランと、
反応に使用したテトラアルコキシシランのモル比率から求めた。

【0096】

製造比較例

表4に示される仕込み比にて上記工程1～6に従って加水分解反応を行い、蒸
留条件を変化させてM3Q(OH)を多く含む留分を回収した上で、精製テトラ
キストリメチルシロキシシランにて微調整を行い、M3Q(OH)を35%、テ
トラキストリメチルシロキシシランを65%含む溶液を得た。その溶液のGC分
析結果を下記表5に示す。

【0097】

[表4]

	仕込み物	製造比較例
工程 1	ヘキサメチルシロキサン	486.0 (3.0 ㍓)
	アルコール	エタノール 46.0g (1.0 ㍓)
工程 2	酸触媒	濃硫酸 9.8g (0.1 ㍓)
工程 3	テトラメキシラン	—
	テトラエトキシラン	152.0g (1.0 ㍓)
工程 4	水	36.0g (2.0 ㍓)
分析結果		
途中有機層 分析 (GC 分 析結果) (面積%)	M3Q(OMe)	—
	M3Q(OEt)	0.7
	M3Q(OH)	18.2
	M4Q	65.8
	高沸点物	15.3

【0098】

[表 5]

GC 分析 結果 (面積%)	M3Q(OMe)	—
	M3Q(OEt)	
	M3Q(OH)	35
	M4Q	65
	高沸点物	0.1

【0099】

以下に本発明の化粧料の実施例および比較例を示す。尚、以下で用いる高純度テトラキストリメチルシロキシシランは製造実施例 1 に記載されたものを用いた。また、メチルトリメチコンは信越化学工業製 TMF-1.5 を用いた。

【0100】

実施例 1：紫外線防御化粧下地料

シリコン樹脂の一種であるトリメチルシロキシケイ酸を50質量%濃度で高純度テトラキストリメチルシロキシシランに溶解した溶解液を調製し、下記表の処方に従って紫外線防御化粧下地料を作製した。

	(%)
(成分A)	
(1) シリコン処理微粒子酸化チタン	4
(2) メチルトリメチコン	10
(3) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	15
(4) ポリエーテル変性シリコン	
(信越化学工業社製KF6017)	1
(成分B)	
(5) シリコン処理微粒子酸化亜鉛	6
(6) パーフルオロアルキルリン酸エステル	
処理着色肌色マイカ	0.5
(成分C)	
(7) 架橋型オルガノポリシロキサン球状粉末 (エラストマー)	4
(8) ジメチルポリシロキサン (KF96A-6)	2
(9) フッ素化ジメチコノール	1
(10) トリメチルシロキシケイ酸溶液	6
(11) パラメトキシケイ皮酸オクチル	3
(12) パーフルオロポリエーテル	0.5
(成分D)	
(13) エチルアルコール	10
(14) 精製水	残 量
(15) アロエエキス	1
(16) クランベリーエキス	1
(17) ハイビスカスエキス	0.5

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF96A-6 (信越化学工業社製) : 粘度6mm²/sのジメチルポリシロキサン

〔製 法〕

工程 1 成分 A をローラーミルにて粉碎しペースト化した。

工程 2 成分 C を素混合し、ミキサーを用いて良く粉碎した。

工程 3 成分 B と成分 C を混合し、良く分散した後成分 A を加え、更に良く混合した。

工程 4 ついで、均一に溶解した成分 D を加え良く攪拌した後、ステンレスボールとともに容器に充填して製品を得た。

【0101】

比較例 1

実施例 1 において高純度テトラキストリメチルシロキシシランの代わりに環状 6 量体揮発性シリコンを用いた他は全て実施例 1 と同様にして製品を得た。

【0102】

実施例 2、3 及び 4：日中用美白クリーム

下記処方により美白クリームを調製した。尚、混合溶媒として、高純度テトラキストリメチルシロキシシランとメチルトリメチコンの 1：1 混合溶媒を使用した。

実施例	2	3	4
<hr/>			
(成分 A) (%)			
(1) KF6017	1	1	1
(2) KF6026	—	—	2
(3) KF56	5	5	5
(4) KF995	12	3	—
(5) 混合溶媒	10	19	12
(成分 B)			
(6) グリセリン	5	5	5
(7) ジプロピレングリコール	10	10	10
(8) パラオキシ安息香酸メチル	0.2	0.2	0.2
(9) アスコルビン酸硫酸エステルナトリウム	0.1	0.1	0.1

(10) アスコルビン酸リン酸エステルナトリウム	0.1	0.1	0.1
(11) γ -アミノ酪酸	0.1	0.1	0.1
(12) リンゴ種子核抽出物 (抗酸化剤)	0.1	0.1	0.1
(13) 塩化ナトリウム	0.9	0.9	0.9
(14) 香料	0.1	0.1	0.1
(15) 精製水	残量	残量	残量

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 4.6)

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB = 4.7)

KF56 (信越化学工業社製) : メチルフェニルポリシロキサン

KF995 (信越化学工業社製) : デカメチルシクロペンタシロキサンシロキサン (D5)

[製法]

工程1 成分Aを60℃で加熱溶解する。

工程2 成分Bを60℃で加熱溶解する。

工程3 成分Bに成分Aを攪拌しながら添加して乳化混合する。

工程4 ついで、攪拌しながら30℃まで冷却し、容器に充填して製品とした。

【0103】

比較例2

実施例3の混合溶媒の代わりにエタノールを用いた他は、全て実施例3と同様にして製品を得た。

【0104】

比較例3

実施例4の混合溶媒の代わりに軽質流動パラフィンを用いた他は、全て実施例4と同様にして製品を得た。

【0105】

比較例4

実施例 4 の混合溶媒の代わりに製造比較例 1 で作製した 1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンを 35% 含むテトラキストリメチルシロキシシランを用いた他は、全て実施例 4 と同様にして製品を得た。

【0106】

比較例 5

実施例 4 の混合溶媒の代わりに、前記の製造比較例で作製した 1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンを 35% 含むテトラキストリメチルシロキシシランと、高純度テトラキストリメチルシロキシシランを混合して得られる 1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンを 5% 含むテトラキストリメチルシロキシシランを用いた他は、全て実施例 4 と同様にして製品を得た。

【0107】

実施例 5：サンスクリーン剤

下記の処方に従ってサンスクリーン剤を作製した。紫外線防御成分としては、パラメトキシケイ皮酸 2-エチルヘキシル、処理微粒子酸化チタン、処理微粒子酸化亜鉛、処理黄色微粒子酸化チタンを用い、シリコーン樹脂としてトリメチルシロキシケイ酸を用いた。

尚、処理微粒子酸化チタンとしては、平均粒子径 17 nm のシリカ・アルミナで被覆された微粒子酸化チタンをオクチルトリメトキシシランにて 8 重量% の被覆量で被覆し、160℃にて加熱処理したものを用い、処理微粒子酸化亜鉛としては、平均粒子径 50 nm のシリカ処理微粒子酸化亜鉛をメチルヒドロジェンポリシロキサンにて 3 質量% の被覆量で被覆し 170℃にて加熱処理したものを用いた。また、処理黄色微粒子酸化チタンとしてはシリカ処理した鉄ドーピング微粒子酸化チタンをメチルヒドロジェンポリシロキサンにて 3 質量% の被覆量で被覆し 130℃にて加熱処理したものを用いた。

【0108】

(成分 A)

(%)

処理微粒子酸化チタン	8.0
高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	9.0
メチルトリメチコン	3.0

(成分B)

処理黄色微粒子酸化チタン	0.8
処理微粒子酸化亜鉛	12.0

(成分C)

三次元架橋型オルガノポリシロキサン球状粉末 (エラストマー)	1.0
ジメチコノール	6.0
揮発性シリコーン (1)	15.0
トリメチルシロキシケイ酸	6.0
パラメトキシケイ皮酸 2-エチルヘキシル	10.0

(成分D)

エチルアルコール	13.0
精製水	残 量
アロエエキス	0.5

【0109】

成分Aをローラーミルを用いて粉碎しペースト化した。成分Cを素混合し、ミキサーを用いてよく粉碎した。成分Bと成分Cを混合し、よく分散した後、成分Aを加え、さらによく混合した。次いで均一に溶解した成分Dを加え、よく攪拌した後、ステンレスボールと共に容器に充填して製品を得た。

【0110】

比較例 6

実施例5の高純度テトラキストリメチルシロキシシランの代わりに直鎖状4量体揮発性シリコーンを用いた他は全て実施例5と同様にして製品を得た。

【0111】

実施例6：サンスクリーン剤 (クリーム)

(成分)	(%)
(1) メチルトリメチコン	3.0

(2) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	17.0
(3) 流動パラフィン	10.0
(4) KF6017	1.9
(5) KF6026	4.0
(6) 4-tert-ブチル-4'-メトキシジベンゾイルメタン	7.0
(7) ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド	0.8
(8) ビタミンEアセテート	0.1
(9) エタノール	1.0
(10) スメクタイト	1.2
(11) 防腐剤	適量
(12) 香料	適量
(13) 精製水	残量

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

[製造方法]

A: 成分(1)～(8)及び(11)を加熱混合する。

B: 成分(9)、(10)及び(13)を加熱し均一に分散混合する。

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分(12)を添加しサンスクリーン剤(クリーム)を得た。

【0112】

実施例7: サンスクリーン剤(クリーム)

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	18.0
(2) KF56	2.0
(3) 流動パラフィン	1.5
(4) KF6012	4.0

(5) パラメトキシ桂皮酸オクチル	5.0
(6) 1,3-ブチレングリコール	4.0
(7) 塩化ナトリウム	1.0
(8) 防腐剤	適量
(9) 香料	適量
(10) 精製水	残量

KF56 (信越化学工業社製) : メチルフェニルポリシロキサン

KF6012 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=7.0)

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (6) を加熱混合する。

B : 成分 (7) ~ (9) 及び (11) を加熱溶解する。

C : 攪拌下、A に B を徐添して乳化し、冷却して成分 (10) を添加しサンスクリーン剤 (クリーム) を得た。

【0113】

実施例 8 : サンスクリーン剤 (クリーム)

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	16.5
(2) メチルトリメチコン	1.0
(3) KP545	12.0
(4) トリイソオクタン酸グリセリル	5.0
(5) パラメトキシケイ皮酸オクチル	6.0
(6) KSG21	5.0
(7) KF6017	1.0
(8) 親油化処理酸化亜鉛	20.0
(9) 塩化ナトリウム	0.5
(10) 1,3-ブチレングリコール	2.0
(11) 防腐剤	適量
(12) 香料	適量

(13) 精製水

残 量

KP545 (信越化学工業社製) ; アクリルシリコーン共重合樹脂/デカメチルシクロペンタシロキサン 30% 溶液

KSG21 (信越化学工業社製) : 架橋型ポリエーテル変性メチルポリシロキサン/ジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

[製造方法]

A: 成分(1)の一部に成分(3)を加えて均一にし、成分(8)を添加してビーズミルにて分散する。

B: 成分(1)の残部に(2)及び(4)～(7)を混合し、均一に混合する。

C: 成分(9)～(11)及び(13)を混合、溶解する。

D: BにCを加えて乳化し、A及び成分(12)を加添加してサンスクリーン剤(クリーム)を得た。

【0114】

実施例9: サンスクリーン剤 (化粧水)

(成分)	(%)
(1) メチルトリメチコン	13.0
(2) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	1.0
(3) KF615A	10.0
(4) スクワラン	1.5
(5) パラメトキシ桂皮酸オクチル	3.0
(6) チタンTTO-S2	2.0
(7) ポリメチルシルセスキオキサン	0.7
(8) 1,3-ブチレングリコール	10.0
(9) 塩化ナトリウム	2.0
(10) L-プロリン	0.1
(11) 2-ヒドロキシオクタン酸	1.0
(12) 2-ヒドロキシプロパン酸	5.0

(13) 水酸化ナトリウム	適 量
(14) 防腐剤	適 量
(15) 香料	適 量
(16) 精製水	残 量

KF615A (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=14.0)

チタン T T O - S 2 (石原産業社製) : 疎水化処理超微粒子酸化チタン

[製造方法]

A : 成分 (8) ~ (16) を均一溶解する。

B : 成分 (1) ~ (5) を混合し、成分 (6)、(7) を加えて均一にする。

C : 攪拌下、A に B を徐添、乳化してサンスクリーン剤 (化粧水) を得た。

【0115】

実施例 10 : サンスクリーン剤 (乳液)

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	25.0
(2) モノイソステアリン酸ジグリセリル	1.5
(3) ペンタイソステアリン酸デカグリセリル	1.5
(4) KF6012	0.5
(5) オリーブ油	1.0
(6) 微粒子酸化チタン	7.0
(7) グリセリン	5.0
(8) 塩化ナトリウム	1.5
(9) 防腐剤	適 量
(10) 香料	適 量
(11) 精製水	残 量

KF6012 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=7.0)

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (5) を加熱混合し、成分 (6) を均一分散する。

B：成分（７）～（９）及び（１１）を加熱混合する。

C：攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分（１０）を添加しサンスクリーン剤（乳液）を得た。

【0116】

実施例 11：サンスクリーン剤（乳液）

（成分）	（％）
（１）高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	15.0
（２）エタノール	5.0
（３）KF56	3.0
（４）モノイソステアリン酸ソルビタン	1.0
（５）KF6012	0.5
（６）シリコーン樹脂	1.0
（７）パラメトキシケイ皮酸オクチル	4.0
（８）微粒子酸化チタン	8.0
（９）ソルビトール	2.0
（１０）塩化ナトリウム	2.0
（１１）防腐剤	適量
（１２）香料	適量
（１３）精製水	残量

KF56（信越化学工業社製）：メチルフェニルポリシロキサン

シリコーン樹脂： $[\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2}]/[\text{SiO}_2]$ 比が0.8のシリコーン網状化合物（トリメチルシロキシケイ酸）の50%-メチルトリメチコン溶液

KF6012（信越化学工業社製）：ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体

（HLB＝7.0）

〔製造方法〕

A：成分（１）～（７）を加熱混合し、成分（８）を均一分散する。

B：成分（９）～（１１）及び（１３）を加熱混合する。

C：攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分（１２）を添加しサンスクリ

リーン剤（乳液）を得た。

【0117】

下記表 6 に実施例 1 ～ 11 および比較例 1 ～ 6 の評価結果を示す。

【0118】

[表 6]

	塗布時、皮膚に 刺激がない	塗布感が 良い	化粧下地として 使いやすい	塗布時に肌が きしまない
実施例 1	4 6	4 3	4 5	5 0
比較例 1	4 2	3 4	3 5	4 4
実施例 2	4 4	4 1	4 0	4 8
実施例 3	4 3	4 2	4 4	4 9
実施例 4	4 2	4 1	4 0	4 8
比較例 2	1 0	1 9	1 0	4 0
比較例 3	1 1	2 9	1 3	4 8
比較例 4	1 0	1 0	1 0	1 0
比較例 5	1 0	1 0	1 0	1 0
実施例 5	3 9	3 7	3 9	4 3
比較例 6	1 8	2 0	1 2	2 6
実施例 6	4 4	3 8	3 8	4 7
実施例 7	4 4	4 1	4 3	4 6
実施例 8	4 1	4 0	4 0	4 4
実施例 9	3 9	3 9	4 4	4 0
実施例 10	4 2	4 0	4 1	4 8
実施例 11	3 9	4 2	4 1	4 6

【0119】

この評価結果より、本発明の実施例はいずれの評価項目においても優れた性能を示していることが判る。実施例は比較例に比べ、のびが良くて、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感などを与え、ドライフィールも少なく感触面

で優れていた。さらに、本発明の実施例は紫外線防御効果に優れていた。また、比較例 4、5 の結果より、1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチルー3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンを含む（非高純度）テトラキストリメチルシロキシシランを配合した場合は、感触面、安全性面において大きな問題があることが判る。そして比較例 6 の結果から、直鎖状の揮発性シリコーンは皮膚に刺激が感じられ、感触も悪いことが判る。

【0120】

実施例 12：サンタンクリーム

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	12.0
(2) メチルトリメチコン	3.0
(3) KF96A-100	5.0
(4) KP-562	0.5
(5) 分岐シリコーン型ポリグリセリル変性シリコーン (HLB=5)	2.2
(6) KF6026	6.0
(7) パルミチン酸	0.2
(8) ジメチルオクチルパラアミノ安息香酸	0.5
(9) 4-tert-ブチルー4'-メトキシベンゾイルメタン	0.5
(10) カオリン	0.5
(11) ベンガラ	0.2
(12) 黄酸化鉄	0.3
(13) 黒酸化鉄	0.1
(14) 酸化チタンコーテッドマイカ	1.0
(15) L-グルタミン酸ナトリウム	3.0
(16) 1, 3-ブチレングリコール	5.0
(17) ジオクタデシルジメチルアンモニウムクロライド	0.1
(18) 酸化防止剤	適量
(19) 防腐剤	適量

(20) 香料

適 量

(21) 精製水

残 量

KF96A-100 (信越化学工業社製) : 粘度 $100\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KP-562 (信越化学工業社製) : ベヘニル変性アクリルシリコングラフト共重合体

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB = 4.7)

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (9) 及び (18) ~ (19) を加熱溶解する。

B : 成分 (17) 及び (21) の一部を加熱攪拌後、成分 (10) ~ (14) を添加し分散処理する。

C : 成分 (15) ~ (16) 及び (21) の残部を均一溶解し、Bと混合する。

D : 攪拌下、AにCを徐添して乳化し、冷却して成分 (20) を添加しサントークリームを得た。

以上のようにして得られたサントークリームは、キメが細かく、のびが良く、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、フィット感に優れ化粧持ちも良く、また、温度や経時的に分離や粉体の凝集などの変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0121】

実施例 13 : ファンデーション

(成分)	(%)
(1) メチルトリメチコン	30.0
(2) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	15.0
(3) KF96A-6	5.0
(4) KF6017	1.5
(5) KF6026	0.5
(6) オクタデシルジメチルベンジルアンモニウム塩変性モンモリロナイト	4.0

(7) 疎水化処理酸化チタン*	10.0
(8) 疎水化処理タルク*	6.0
(9) 疎水化処理マイカ*	6.0
(10) 疎水化処理ベンガラ*	1.6
(11) 疎水化処理黄酸化鉄*	0.7
(12) 疎水化処理黒酸化鉄*	0.2
(13) ジプロピレングリコール	5.0
(14) パラオキシ安息香酸メチルエステル	0.3
(15) 2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール	0.2
(16) 塩酸	0.1
(17) 香料	適量
(18) 精製水	残量

KF96A-100 (信越化学工業社製) : 粘度 $100\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

*: 疎水化処理粉体; 粉体に対して2%のメチルヒドロジェンポリシロキサン添加後、加熱処理したもの

(製造方法)

A: 成分(1)～(6)を加熱混合し、成分(7)～(12)を添加して均一にする。

B: 成分(13)～(16)及び(18)を加熱溶解する。(水系のpHは9.0)

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分(17)を添加しファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、キメが細かく、のびが良く、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、化粧持ちも良

く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0122】

実施例 14 : ファンデーション

(成分)	(%)
(1) KF96A-6	5.0
(2) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	4.0
(3) メチルトリメチコン	11.0
(4) スクワラン	4.0
(5) ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	3.0
(6) ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセライド	2.0
(7) α -モノイソステアリルグリセリルエーテル	1.0
(8) KF6015	1.0
(9) ジステアリン酸アルミニウム塩	0.2
(10) 疎水化処理酸化チタン*	5.0
(11) 疎水化処理セリサイト*	2.0
(12) 疎水化処理タルク*	3.0
(13) 疎水化処理ベンガラ*	0.4
(14) 疎水化処理黄酸化鉄*	0.7
(15) 疎水化処理黒酸化鉄*	0.1
(16) 硫酸マグネシウム	0.7
(17) グリセリン	3.0
(18) 防腐剤	適量
(19) 香料	適量
(20) 精製水	残量

KF6015 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重

合体 (HLB=4.5)

* : 疎水化処理粉体 ; 粉体に対し、2%のステアリン酸処理したもの

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (9) を加熱混合し、成分 (10) ~ (15) を添加して均一

にする。

B:成分(16)～(18)及び(20)を加熱溶解する。

C:攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分(19)を添加しファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、粘度が低くキメが細かく、のびが良く、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、化粧持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0123】

実施例15:ファンデーション

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	15.0
(2) メチルトリメチコン	3.0
(3) KF56	5.0
(4) モノイソステアリン酸ソルビタン	0.5
(5) モノイソステアリン酸ジグリセリル	0.5
(6) KF6012	1.0
(7) パラメトキシケイ皮酸オクチル	3.0
(8) 酸化チタン	10.0
(9) ベンガラ	0.13
(10) 黄酸化鉄	0.3
(11) 黒酸化鉄	0.07
(12) タルク	2.5
(13) ソルビトール	2.0
(14) 硫酸マグネシウム	0.1
(15) エタノール	10.0
(16) 防腐剤	適量
(17) 香料	適量
(18) 精製水	残量

KF56 (信越化学工業社製) : メチルフェニルポリシロキサン

KF6012 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 7.0)

[製造方法]

A : 成分 (8) ~ (12) を均一に混合する。

B : 成分 (1) ~ (7) 及び (16) を加熱混合し、A を加えて均一に分散混合する。

C : 成分 (13) ~ (14) 及び (18) を加温、B に添加して乳化し、冷却して成分 (15) 及び (17) を加え、ファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、清涼感を有し、乳化状態が良好で、温度による影響をあまり受けず、経時的に分離したり、凝集したりすることなく、非常に安定性の優れたものであることがわかった。

【0124】

実施例 16 : ファンデーション

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	15.0
(2) KF96A-6	5.0
(3) 流動パラフィン	3.0
(4) KF6015	3.0
(5) パルミチン酸	0.5
(6) アエロジル RY20	5.0
(7) 酸化チタン	6.0
(8) ベンガラ	0.25
(9) 黄酸化鉄	0.6
(10) 黒酸化鉄	0.12
(11) セリサイト	8.03
(12) ジプロピレングリコール	10.0
(13) 硫酸マグネシウム	2.0

(14) 防腐剤	適量
(15) 酸化防止剤	適量
(16) 香料	適量
(17) 精製水	残量

KF96A-6 (信越化学工業社製) : 粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF6015 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.5)

アエロジル RY200 (日本アエロジル社製) : 疎水化シリカ

(製造方法)

A: 成分(7) ~ (12) を均一に混合する。

B: 成分(1) ~ (6) 及び(16) を 70°C に加熱混合し、Aを加えて均一に分散混合する。

C: 成分(13) ~ (15) 及び(18) を 70°C に加熱、Bに添加して乳化し、冷却して成分(17)を加え、ファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、べたつきがなく、のびが良く、塗布感がなめらかでソフトであり、しかも、さっぱりとした高い清涼感を有し、乳化状態が良好で、化粧持ちも優れ、また、温度による影響をあまり受けず、経時安定性の非常に優れたものであることがわかった。

【0125】

実施例17: ファンデーション

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	9.0
(2) デカメチルシクロペンタシロキサン	3.0
(5) メチルトリメチコン	3.0
(6) KF96A-6	8.0
(7) パラメトキシ桂皮酸オクチル	3.0
(8) 12-ヒドロキシステアリン酸	1.0
(9) FL-100	15.0
(10) FPD-6131	5.0

(11) KMP590	3.0
(12) フッ素化合物処理微粒子酸化チタン*	8.0
(13) フッ素化合物処理雲母チタン*	1.0
(14) フッ素化合物処理酸化チタン*	5.0
(15) フッ素化合物処理ベンガラ*	0.9
(16) フッ素化合物処理黄酸化鉄*	2.0
(17) フッ素化合物処理黒酸化鉄*	1.0
(18) エタノール	15.0
(19) グリセリン	3.0
(20) 硫酸マグネシウム	1.0
(21) 防腐剤	適量
(22) 香料	適量
(23) 精製水	残量

KF96A-6 (信越化学工業社製) : 粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

FL-100 (信越化学工業社製) : トリフルオロプロピルメチルシリコーン

FPD-6131 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・トリフルオロプロピル・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 5.4)

KMP590 (信越化学工業社製) : 球状シリコーン樹脂粉体

* : フッ素化合物処理粉体 ; パーフルオロアルキルエチルリン酸ジエタノールアミン塩にて5%被覆したもの

[製造方法]

A : 成分(10) ~ (16) を均一に混合する。

B : 成分(1) ~ (9) を 70°C に加熱混合し、Aを加えて均一に分散混合する。

C : 成分(17) ~ (20) 及び(22) を 40°C に加熱、Bに徐添して乳化し、冷却して成分(21)を加え、液状ファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、清涼感を有し、温度や経時的に変化がなく、安定性の非常に優れたものであることがわかった。

【0126】

実施例 18 : ファンデーション

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	27.0
(2) KF56	3.0
(3) トリイソオクタン酸グリセリル	10.0
(4) KF6017	1.0
(5) KF6026	1.0
(6) モノイソステアリン酸ポリグリセリル	3.0
(7) 疎水化処理混合粉体 (注1)	18.0
(8) ベンガラ	1.2
(9) 黄酸化鉄	2.6
(10) 黒酸化鉄	0.2
(11) 1, 3-ブチレングリコール	7.0
(12) 塩化ナトリウム	0.5
(13) 防腐剤	適量
(14) 香料	適量
(15) 精製水	残量

(注1) 疎水化処理混合粉体

a) シリコーン処理微粒子酸化チタン	8.0
b) シリコーン処理微粒子酸化亜鉛	4.0
c) シリコーン処理タルク	3.0
d) シリコーン処理マイカ	3.0

KF56 (信越化学工業社製) : メチルフェニルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 4.6)

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB = 4.7)

[製造方法]

A: 成分 a ~ d を混合する。

B: 成分 (1) ~ (6) を混合して加温溶解し、成分 (7) ~ (10) を均一に分散する。

C: 成分 (11) ~ (13) 及び (15) を混合した後、B に加えて乳化する。

D: C を冷却し、成分 (14) を加えてファンデーションを得た。

以上のようにして得られたファンデーションは、べたつきがなく、のびが良く、ソフトでなめらかな感触を持ち、しかも、密着感に優れ、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、また、温度や経時的に変化がなく、安定性にも優れていることがわかった。

【0127】

実施例 19: ヘアクリーム

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	9.0
(2) メチルトリメチコン	1.0
(3) KF56	4.0
(4) スクワラン	5.0
(5) シリコーン樹脂	1.0
(6) ジオレイン酸グリセリル	2.0
(7) KF6017	2.0
(8) KF6026	4.0
(9) ソルビトール硫酸ナトリウム	2.0
(10) コンドロイチン硫酸ナトリウム	1.0
(11) ヒアルロン酸ナトリウム	0.5
(12) プロピレングリコール	3.0
(13) 防腐剤	1.5
(14) ビタミンEアセテート	0.1
(15) 酸化防止剤	適量
(16) 香料	適量

(17) 精製水

残 量

KF56 (信越化学工業社製) : メチルフェニルポリシロキサン

シリコーン樹脂: $[\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2}]/[\text{SiO}_2]$ 比が 0.8 のシリコーン網状化合物 (トリメチルシロキシケイ酸) の 50%-メチルトリメチコン溶液

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 4.6)

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB = 4.7)

(製造方法)

A: 成分 (1) ~ (8) 及び (13) ~ (14) を加熱混合する。

B: 成分 (9) ~ (12) 及び (17) を加熱溶解する。

C: 攪拌下、A に B を徐添して乳化し、冷却して成分 (16) を添加し、ヘアクリームを得た。

以上のようにして得られたヘアクリームは、のびが良く、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性、撥水性、耐汗性があり持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0128】

実施例 20: マスカラ

(成分)	(%)
(1) KP 545	20.0
(2) パルミチン酸/エチルヘキサン酸デキストリン	8.0
(3) ポリエチレンワックス	4.0
(4) ミツロウ	7.0
(5) レシチン	0.5
(6) メチルトリメチコン	残 量
(7) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	5.0
(8) イソドデカン	20.0
(9) 酸化鉄	5.0

(10) アエロジル RY200

3.5

(11) タルク

10.0

KP545 (信越化学工業社製) ; アクリルシリコン共重合樹脂 / デカメチルシクロペンタシロキサン 30% 溶液

アエロジル RY200 (日本アエロジル社製) : 疎水化シリカ

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (8) を混合し溶解する。

B : 成分 (9) ~ (11) を A に加えローラーにて分散する。

以上のようにして得られたマスカラは、のびが良く、べたつきがなく、耐水性、撥水性、耐汗性があり持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0129】

実施例 21 : スキンクリーム

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	20.0
(2) トリオクタン酸グリセリル	10.0
(3) KF6017	1.5
(4) KF6026	4.0
(5) フェニルジメチルステアリルアンモニウムクロリド	1.0
(6) 1,3-ブチレングリコール	10.0
(7) マルチトール	10.0
(8) サポナイト	1.5
(9) 防腐剤	適量
(10) 香料	適量
(12) 精製水	残量

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB

= 4. 7)

[製造方法]

A: 成分 (1) ~ (5) 及び (9) を加熱混合する。

B: 成分 (6) ~ (8) 及び (11) を加熱溶解する。

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分 (10) を添加し、クリームを得た。

以上のようにして得られたクリームは、のびが良く、適度なしっとり感、ソフト感を与えると共に、耐水性や撥水性が良好で持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0130】

実施例 22: スキンクリーム

混合溶液としてメチルトリメチコンと高純度テトラキストリメチルシロキシシラン 1:1 混合溶液を用いた。

(成分)	(%)
(1) 混合溶液	10.0
(2) KF96A-6	5.0
(3) 流動パラフィン	5.0
(4) 水分散型シリコンエラストマー球状粉末	2.0
(5) KF6017	3.0
(6) KF6026	5.0
(7) クエン酸ナトリウム	2.0
(8) 1, 3-ブチレングリコール	5.0
(9) 防腐剤	適量
(10) 香料	適量
(11) 精製水	残量

KF96A-6 (信越化学工業社製): 粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重

合体 (HLB = 4.6)

KF6026 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキ

シプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB = 4.7)

[製造方法]

A: 成分 (1) ~ (5) を加熱混合する。

B: 成分 (6) ~ (9) 及び (11) を加熱溶解する。

C: 攪拌下、A に B を徐添して乳化し、冷却して成分 (10) を添加し、クリームを得た。

以上のようにして得られたクリームは、やわらかくのびが良く、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性が良好で持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0131】

実施例 23: スキンクリーム

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	20.0
(2) 流動パラフィン	5.0
(3) KF615A	1.0
(4) L-アスコルビン酸リン酸エステルマグネシウム塩	3.0
(5) ジプロピレングリコール	5.0
(6) グリセリン	5.0
(7) 防腐剤	適量
(8) 香料	適量
(9) 精製水	残量

KF615A (信越化学工業社製): ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 14.0)

[製造方法]

A: 成分 (1) ~ (3) 均一に混合する。

B: 成分 (5) ~ (7) を加温し、均一にする。

C: 成分 (4)、(9) を均一に溶解する。

D: 攪拌下、A に B を徐添、さらに C を加えて乳化し、成分 (8) を添加しクリ

ームを得た。

以上のようにして得られたクリームは、キメが細かくて、のびが良く、適度なしっとり感と塗布時にソフト感な感じを与えると共に、皮膚になじみやすく、美白効果に優れており、また、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0132】

実施例 24：スキนครリーム

混合溶液としてメチルトリメチコンと高純度テトラキストリメチルシロキシシランの 7：3 混合溶液を用いた。

(成分)	(%)
(1) 混合溶液	20.0
(2) KF56	5.0
(3) KF6012	1.5
(4) デキストリン脂肪酸エステル	1.0
(5) グリセリン	5.0
(6) 塩化ナトリウム	1.0
(7) 防腐剤	適量
(8) 香料	適量
(9) 精製水	残量

KF56 (信越化学工業社製)：メチルフェニルポリシロキサン

KF6012 (信越化学工業社製)：ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=7.0)

【製造方法】

A：成分 (1)～(4) を加熱混合する。

B：成分 (5)～(7) 及び (9) を加熱溶解する。

C：攪拌下、A に B を徐添して乳化し、冷却して成分 (8) を添加しクリームを得た。

以上のようにして得られたクリームは、キメが細かく、のびが良く、しっとりしており、べたつきがなく、使用性が非常に良いことがわかった。また、耐水性

や耐汗性に優れて化粧持ちも良く、温度や経時的にも変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0133】

実施例 25 : スキンクリーム

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	18.0
(2) KF96A-100	2.0
(3) ポリプロピレングリコール (3) ミリスチルエーテル	0.5
(4) KF6017	1.4
(5) KF6026	2.5
(6) 疎水化処理微粒子酸化チタン*	1.0
(7) グリセリン	3.0
(8) 70%ソルビトール	5.0
(9) クエン酸	25.0
(10) 塩化ナトリウム	0.6
(11) 防腐剤	適量
(12) 香料	適量
(13) 32%アンモニア水	4.5
(14) 精製水	残量

KF96A-100 (信越化学工業社製) : 粘度 $100\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

* : 疎水化処理微粒子酸化チタン ; ステアリン酸アルミニウム処理微粒子酸化チタン

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (5) 及び (12) を混合した後、成分 (6) を混合攪拌する

B: 成分 (7) ~ (11) 及び (13) ~ (14) を均一溶解する。

C: A に B を徐添して乳化し、クリームを得た。

以上のようにして得られたクリームは、大量のクエン酸を含有するにもかかわらず、塗布中はのびが良く、べたつきがなく、また、温度や経時的に変化のない安定性にも非常に優れていることがわかった。

【0134】

実施例 26: スキンクリーム

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	15.0
(2) デカメチルシクロペンタシロキサン	1.0
(3) KF96A-6	4.0
(4) KF6012	5.0
(5) POE (5) オクチルドデシルエーテル	1.0
(6) モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン (20E.O.)	0.5
(7) サンスフェアSZ-5	4.0
(8) シリコーン処理微粒子酸化チタン	5.0
(9) 流動パラフィン	2.0
(10) マカデミアンナッツ油	1.0
(11) オウゴンエキス*	1.0
(12) ゲンチアナエキス**	0.5
(13) エタノール	5.0
(14) 1,3-ブチレングリコール	2.0
(15) 防腐剤	適量
(16) 香料	適量
(17) 精製水	残量

KF96A-6 (信越化学工業社製): 粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF6012 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メ

チルポリシロキサン共重合体 (HLB=7.0)

サンスフェアSZ-5 (旭硝子社製): 無水ケイ酸処理酸化亜鉛; 酸化亜鉛を50%内包した粒子径0.01~10 μ mのシリカ;

*: オウゴンエキス; 50%1, 3-ブチレングリコール水で抽出したもの

** : ゲンチアナエキス; 20%エタノール水で抽出したもの

[製造方法]

A: 成分(7)~(10)を均一に混合分散する。

B: 成分(1)~(6)を混合し、Aを加える。

C: 成分(11)~(15)及び(17)を混合した後、Bを加えて乳化する。

D: Cを冷却し、成分(16)を加えてクリームを得た。

以上のようにして得られたクリームは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、密着感に優れ、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、また、温度や経時的に変化がなく、安定性にも優れていることがわかった。

【0135】

実施例27: ハンドクリーム

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	1.0
(2) メチルトリメチコン	11.0
(3) α オレフィンオリゴマー	10.0
(4) シリコーン樹脂	5.0
(5) KF6017	1.9
(6) KF6026	4.0
(7) ジステアリルジメチルアンモニウムクロリド	0.8
(8) ビタミンEアセテート	0.1
(9) ポリエチレングリコール4000	1.0
(10) グリセリン	10.0
(11) スメクタイト	1.2
(12) 防腐剤	適量
(13) 香料	適量

残 量

(14) 精製水

シリコーン樹脂: $[\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2}]/[\text{SiO}_2]$ 比が1.15のシリコーン網状化合物 (トリメチルシロキシケイ酸) の70%-メチルトリメチコン溶液

KF6017 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

[製造方法]

A: 成分(1) ~ (8) 及び(12) を加熱混合する。

B: 成分(9) ~ (11) 及び(14) を加熱溶解する。

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分(13) を添加し、ハンドクリームを得た。

以上のようにして得られたハンドクリームは、のびが良くて、適度なしっとり感があり、ソフトな使用感を与えると共に、耐水性や撥水性が良好で持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0136】

実施例 28: ハンドクリーム

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	30.0
(2) 流動パラフィン	10.0
(3) アミノ変性シリコーンガム	15.0
(4) KF6017	4.0
(5) ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド	0.8
(6) ビタミンEアセテート	0.1
(7) ポリエチレングリコール4000	1.0
(8) グリセリン	10.0
(9) スメクタイト	1.2
(10) 防腐剤	適 量

(11) 香料

適 量

(12) 精製水

残 量

アミノ変性シリコーンガム：アミン当量 70000 g/mol

KF6017 (信越化学工業社製)：ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

〔製造方法〕

A：成分 (1)、(3) を加熱混合溶解し、成分 (2)、(4)～(6)、(10) を加熱添加する。

B：成分 (7)～(9) 及び (12) を加熱混合する。

C：B を A に徐添し、乳化した後、冷却し、成分 (11) を加えてハンドクリームを得た。

以上のようにして得られたハンドクリームは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、さっぱりとした使用感を有し、水仕事から効果的に皮膚を保護し、温度安定性の非常に優れたものであることがわかった。

【0137】

実施例 29：ハンドクリーム (O/W)

(成分)	(%)
(1) KP545	5.0
(2) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	4.5
(3) メチルトリメチコン	0.5
(4) KSG16	2.5
(5) α オレフィンオリゴマー	5.0
(6) ワセリン	5.0
(7) トリイソオクタン酸グリセリル	3.0
(8) KF6017	0.5
(9) モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン	1.0
(10) セピゲル 305	2.0
(11) 1,3-ブチレングリコール	5.0
(12) グリセリン	5.0

(13) 防腐剤	適量
(14) 香料	適量
(15) 精製水	残量

KP545 (信越化学工業社製) ; アクリルシリコーン共重合樹脂 / デカメチルシクロペンタシロキサン 30% 溶液

KSG16 (信越化学工業社製) : 架橋型ジメチルポリシロキサン / ジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 4.6)

セピゲル 305 ; 軽質流動イソパラフィン (SEPPIC 社製)

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (8) を均一に混合する。

B : 成分 (9) ~ (12) 及び (14) を均一に混合する。

C : A に B を加えて乳化し、成分 (13) を添加して O/W ハンドクリームを得た。

以上のようにして得られたハンドクリームは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、密着感に優れ、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、温度や経時的にも非常に安定であることがわかった。

【0138】

実施例 30 : ハンドクリーム (O/W)

(成分)	(%)
(1) KP 545	5.0
(2) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	4.0
(3) デカメチルシクロペンタシロキサン	1.0
(4) KP 561	8.0
(5) セタノール	1.0
(6) トリイソステアリン酸グリセリル	5.0
(7) ステアリン酸	3.0
(8) モノステアリン酸グリセリル	1.5

(9) KF6015	0.7
(10) セスキオレイン酸ソルビタン	0.5
(11) モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン	1.0
(12) 水酸化ナトリウム (1%水溶液)	10.0
(13) 1, 3-ブチレングリコール	5.0
(14) 防腐剤	適量
(15) 香料	適量
(16) 精製水	残量

KP545 (信越化学工業社製) ; アクリルシリコーン共重合樹脂/デカメチルシクロペンタシロキサン30%溶液

KF6015 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.5)

KP561 (信越化学工業社製) : アクリルシリコーン共重合樹脂:ステア ril変性アクリレートシリコーン

[製造方法]

A: 成分(1) ~ (10) を混合、加熱溶解する。

B: 成分(11) ~ (13) 及び(15) を混合、加熱する。

C: AにBを加えて乳化し、冷却して成分(14) を添加し、O/Wハンドクリームを得た。

以上のようにして得られたハンドクリームは、べたつきがなく、のびが良く、しかも、密着感に優れ、つやのある仕上がりで化粧持ちも非常に優れており、温度や経時的にも非常に安定であることがわかった。

【0139】

実施例31: 保湿クリーム

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	5.0
(2) メチルトリメチコン	5.0
(3) KF56	3.0
(4) 流動パラフィン	5.0

(5) テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール	3. 0
(6) 2-エチルヘキサン酸セチル	5. 0
(7) KF 6017	1. 0
(8) KMP 594	2. 5
(9) アエロジル R 972	2. 0
(10) ステアリン酸亜鉛	2. 0
(11) ビタミンE アセテート	3. 0
(12) ポリエチレングリコール 400	1. 0
(13) 乳酸ナトリウム	1. 0
(14) 1, 3-ブチレングリコール	5. 0
(15) 防腐剤	適 量
(16) 香料	適 量
(17) 精製水	残 量

KF56 (信越化学工業社製) : メチルフェニルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4. 6)

KMP594 (信越化学工業社製) : 球状シリコーンエラストマー樹脂粉体

アエロジル R 972 (日本アエロジル社製) : 疎水化シリカ

[製造方法]

A: 成分 (1) ~ (7) 及び (10) ~ (11) を均一に混合し、成分 (8) ~ (9) を加えて均一に分散する。

B: 成分 (12) ~ (15) 及び (17) を加えて溶解する。

C: BをAに徐添して乳化した後冷却し、成分 (16) を加えて保湿クリームを得た。

以上のようにして得られた保湿クリームは、のびが良く、しっとり感があり、べたつきがなく、温度や経時による変化もない、使用性も安定性にも非常に優れていることがわかった。

【0140】

実施例 32 : アフターシェープクリーム

(成分)	(%)
(1) メチルトリメチコン	30.0
(2) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	5.0
(3) KF6017	2.9
(4) KF6026	5.0
(5) ポリエチレングリコール (分子量: 400)	5.0
(6) L-グルタミン酸ナトリウム	2.0
(7) アラントイン	0.1
(8) アロエ抽出物	適量
(9) エタノール	3.0
(10) 防腐剤	適量
(11) 酸化防止剤	適量
(12) 香料	適量
(13) 精製水	残量

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 4.6)

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB = 4.7)

[製造方法]

A: 成分 (1) ~ (4) を混合、加熱溶解する。

B: 成分 (5) ~ (11) 及び (13) を混合、加熱する。

C: A に B を加えて乳化し、冷却して成分 (12) を添加しアフターシェーブクリームを得た。

以上のようにして得られたアフターシェーブクリームは、高粘度でたれることなく、塗布中にはのびが良く、べたつきもなく、また、塗布後もしっとり感を保ち、安定性にも非常に優れていることがわかった。

【0141】

実施例 33 : アイリンクルクリーム

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	3.0
(2) メチルトリメチコン	17.0
(3) KF7312J	5.0
(4) KF6017	2.0
(5) KF6026	5.0
(6) コンドロイチン硫酸ナトリウム	2.0
(7) 乳酸ナトリウム	1.0
(8) グリセリン	50.0
(9) 防腐剤	適量
(10) 酸化防止剤	適量
(11) 香料	適量
(12) 精製水	残量

KF7312J (信越化学工業社製) : シリコーン樹脂 : $[\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2}]/[\text{SiO}_2]$ 比が ≥ 0.8 のシリコーン網状化合物 (トリメチルシロキシケイ酸) の50%-デカメチルシクロペンタシロキサン溶液

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB=4.7)

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (5) 及び (10) を加熱混合する。

B : 成分 (6) ~ (9) 及び (12) を加熱溶解する。

C : 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分 (11) を添加し、アイリンクルクリームを得た。

以上のようにして得られたアイリンクルクリームは、のびが良く、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、持ちも良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0142】

実施例 34：アイシャドウ

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	12.0
(2) メチルトリメチコン	3.0
(3) KF96A-6	10.0
(4) KF6012	2.0
(5) PEG (10) ラウリルエーテル	0.5
(6) LL 処理酸化クロム**	6.2
(7) シリコーン処理群青*	4.0
(8) LL 処理チタン被覆マイカ**	6.0
(9) 塩化ナトリウム	2.0
(10) プロピレンゲーコール	8.0
(11) 防腐剤	適量
(12) 香料	適量
(13) 精製水	残量

KF96A-6 (信越化学工業社製)：粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF6012 (信越化学工業社製)：ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=7.0)

*：シリコーン処理；粉体に対して3%のメチルヒドロジェンポリシロキサン添加後、加熱処理したもの

**：LL 処理；粉体に対して5%のNε-ラウロイル-L-リジン (味の素社製 アミホープLL) にて被覆処理したもの。

〔製造方法〕

A：成分(1)～(5)を混合し、成分(6)～(8)を添加して均一に分散する。

B：成分(9)～(11)及び(13)を均一溶解する。

C：攪拌下、AにBを徐添して乳化し、成分(12)を添加してアイシャドウを得た。

以上のようにして得られたアイシャドウは、のびが良く、油っぽさや粉っぽさがなく、みずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性、耐汗性が良好で持ちも良く、化粧崩れしにくく、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0143】

実施例 35 : アイライナー

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	5.0
(2) メチルトリメチコン	17.0
(3) KF96A-6	5.0
(4) ホホバ油	2.0
(5) KF6017	1.0
(6) シリコーン処理黒酸化鉄 (注)	20.0
(7) エタノール	5.0
(8) 防腐剤	適量
(9) 精製水	残量

KF96A-6 (信越化学工業社製) : 粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 4.6)

(注) シリコーン処理黒酸化鉄 ; 黒酸化鉄に対し、2%のメチルヒドロジェンポリシロキサン添加後、加熱処理したもの

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (5) を加温混合し、成分 (6) を添加して均一に分散する。

B : 成分 (7) ~ (9) を加温溶解する。

C : 攪拌下、A に B を徐添して乳化し、アイライナーを得た。

以上のようにして得られたアイライナーは、のびが軽く、油っぽさや粉っぽさがなく、みずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性、耐汗性が良好で持ちも良く、化粧崩れしにくく、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0144】

実施例 36 : アイライナー

(成分)

	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	32.0
(2) KF96A-6	5.0
(3) シリコン処理黒酸化鉄	20.0
(4) ビタミンEアセテート	0.2
(5) ホホバ油	2.0
(6) ベントナイト	3.0
(7) KF6012	2.0
(8) エタノール	10.0
(9) 1, 3-ブチレングリコール	10.0
(10) 防腐剤	適量
(11) 香料	適量
(12) 精製水	残量

KF96A-6 (信越化学工業社製) : 粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF6012 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 7.0)

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (2)、(4) ~ (7) を混合し、成分 (3) を加えて均一に混合分散する。

B : 成分 (8) ~ (10) 及び (12) を混合する。

C : B を A に徐添して乳化した後冷却し、成分 (11) を加えてアイライナーを得た。

以上のようにして得られたアイライナーは、のびが軽く、描きやすく、さっぱりとした使用感で、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性にも非常に優れており、耐水性、耐汗性は共に優れ、化粧持ちも非常に良いことがわかった。

【0145】

実施例 37 : 制汗剤

(成分)	(%)
(1) メチルトリメチコン	26.0
(2) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	4.0
(3) KF6026	1.0
(4) モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン (20E.O.)	0.5
(5) アルミニウムジルコニウム四塩化水和物のグリシン塩	20.0
(6) 精製水	残 量

KF6026 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB = 4 : 7)

[製造方法]

A : 成分 (1) と (2) を混合する。

B : 成分 (4) を (5) に溶解し、成分 (3) を加える。

C : 攪拌下、A に B を徐添して乳化し、制汗剤を得た。

以上のようにして得られた制汗剤は、のびが良く、べたつきがなく、しかも、あまり白くならず、さっぱりとした使用感を与えると共に、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0146】

実施例 38 : 制汗剤

(成分)	(%)
(1) KSG-21	20.0
(2) KSG-15	20.0
(3) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	10.0
(4) メチルトリメチコン	20.0
(5) アルミニウムジルコニウム四塩化水和物 (Aluminum Zirconium Tetrachlorohydrex GLY)	20.0
(6) KF-96A-6	10.0

KSG21 (信越化学工業社製) : 架橋型ポリエーテル変性メチルポリシロキサン／

ジメチルポリシロキサン

KSG15 (信越化学工業社製) : 架橋型ポリエーテル変性メチルポリシロキサン /

デカメチルシクロペンタシロキサン

KF96A-6 (信越化学工業社製) : 粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (4)、成分 (6) を均一混合する。

B : 成分 (5) を A に加え混合分散する。

以上のようにして得られた制汗剤は、べたつきがなく、のびが良く、温度や経時的にも非常に安定であることがわかった。

【0147】

実施例 39 : 透明ゲル化粧品

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	10.0
(2) KF615A	10.0
(3) 1,3-ブチレングリコール	10.0
(4) ポリエチレングリコール 400	9.0
(5) 2-ヒドロキシオクタン酸	1.0
(6) ソルビトール (70% 水溶液)	10.0
(7) クエン酸	適量
(8) クエン酸ナトリウム	適量
(9) 防腐剤	適量
(10) 香料	適量
(11) 精製水	残量

KF615A (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 14.0)

(製造方法)

A : 成分 (3) ~ (11) を均一溶解する。

B : 成分 (1) ~ (2) を混合し、均一にする。

C : 攪拌下、A を B に徐添、乳化して透明ゲル化粧品を得た。

以上のようにして得られた透明ゲル化粧料は、のびが良く、適度なしっとり感とソフト感があり、皮膚になじみやすく、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0148】

実施例 40：乳液

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	13.0
(2) KF96A-6	6.0
(3) スクワラン	5.0
(4) ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	3.0
(5) α -モノオレイルグリセリルエーテル	1.0
(6) KF6017	2.0
(7) ジステアリン酸アルミニウム塩	0.2
(8) 硫酸マグネシウム	0.7
(9) グリセリン	5.0
(10) 防腐剤	適量
(11) 香料	適量
(12) 精製水	残量

KF96A-6 (信越化学工業社製)：粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製)：ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

(製造方法)

A：成分(1)～(7)を加熱混合する。

B：成分(8)～(10)及び(12)を加熱溶解する。

C：攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分(11)を添加し乳液を得た。

以上のようにして得られた乳液は、低粘度でキメが細かく、のびが良く、適度なしっとり感やソフト感を有し、化粧持ちも非常に良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0149】

実施例 41: 乳液

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	11.0
(2) メチルトリメチコン	4.0
(3) KF96A-6	6.0
(4) スクワラン	5.0
(5) ジオクタン酸ネオペンチルグリコール	3.0
(6) α -モノオレイルグリセリルエーテル	1.0
(7) KF6026	1.5
(8) KF6017	1.0
(9) アルミニウムジステアレート	0.2
(10) デキストリン脂肪酸エステル	1.0
(11) 硫酸マグネシウム	0.7
(12) グリセリン	5.0
(13) 防腐剤	適量
(14) 香料	適量
(14) 精製水	残量

KF96A-6 (信越化学工業社製): 粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF6026 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレンメチルシロキサン・ポリオキシプロピレンオレイルメチルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体 (HLB = 4.7)

KF6017 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB = 4.6)

〔製造方法〕

A: 成分 (1) ~ (10) を加熱混合する。

B: 成分 (11) ~ (13) 及び (15) を加熱溶解する。

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分 (14) を添加し乳液を得た。

以上のようにして得られた乳液は、低粘度でキメが細かく、のびが良く、適度なしっとり感があり、さっぱりとした使用感を与えると共に、化粧持ちも非常に良く、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れていることがわかった。

【0150】

実施例 42 : 乳液

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	10.0
(2) KF56	5.0
(3) スクワレン	5.0
(4) テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール	5.0
(5) KF6017	3.0
(6) KMP594	2.0
(7) アエロジル R972	0.5
(8) アスコルビン酸リン酸マグネシウム	1.0
(9) 塩化ナトリウム	1.0
(10) ポリエチレングリコール 11000	1.0
(11) プロピレングリコール	8.0
(12) 防腐剤	適量
(13) 香料	適量
(14) 精製水	残量

KF56 (信越化学工業社製) : メチルフェニルポリシロキサン

KF6017 (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KMP594 (信越化学工業社製) : 球状シリコーンエラストマー樹脂粉体

アエロジル R972 (日本アエロジル社製) : 疎水化シリカ

[製造方法]

A : 成分 (1) ~ (4) を均一に混合し、成分 (5) ~ (6) を加えて均一に分散する。

B : 成分 (13) に成分 (7) ~ (9) を加えて溶解し、更に成分 (10)、(

11) を均一にした後添加する。

C: BをAに徐添して乳化した後冷却し、成分(12)を加えて乳液を得た。

以上のようにして得られた乳液は、のびが良く、べたつきがなく、柔らかな塗布感を有し、温度や経時による変化もなく安定性にも非常に優れていることがわかった。

【0151】

実施例43: 美容液

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	12.0
(2) トリイソオクタン酸グリセリル	10.0
(3) KF6017	2.0
(4) KSG21	0.2
(5) グリセリン	10.0
(6) アスコルビン酸リン酸マグネシウム塩	3.0
(7) 塩化ナトリウム	2.0
(8) 防腐剤	適量
(9) 香料	適量
(10) 精製水	残量

KF6017 (信越化学工業社製): ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=4.6)

KSG21 (信越化学工業社製): 架橋型ポリエーテル変性メチルポリシロキサン／ジメチルポリシロキサン

(製造方法)

A: 成分(1)～(4)を加熱混合する。

B: 成分(5)～(8)及び(10)を加熱し、均一溶解する。

C: 攪拌下、AにBを徐添して乳化し、冷却して成分(9)を添加し、美容液を得た。

以上のようにして得られた美容液は、キメが細かく、のびが良く、適度なしっとり感とソフト感があり、また、温度や経時的に変化がなく安定性にも優れている。

ることがわかった。

【0152】

実施例 44：脱臭剤

(成分)	(%)
(1) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	3.0
(2) KF96A-6	4.0
(3) KF615A	1.0
(4) プロピレングリコール	31.0
(5) トリクロサン	0.1
(6) グリセリン	15.0
(7) 防腐剤	適量
(8) 香料	適量
(9) 精製水	残量

KF96A-6 (信越化学工業社製) : 粘度 $6\text{mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

KF615A (信越化学工業社製) : ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体 (HLB=14.0)

[製造方法]

A: 成分 (1) ~ (3) を混合する。

B: 成分 (5) を (4) に溶解し、成分 (6) ~ (9) を混合する。

C: A を激しく攪拌しながら B を加えて乳化する。

D: エアゾール缶に C を 65 部、噴射剤 (n-ブタン、イソブタン、プロパン混合物) 35 部を加え、脱臭剤を得た。

以上のようにして得られた脱臭剤は、高濃度に使用してもたれることなく、べたつきもなく、効果の持続する優れた使用性を有していることがわかった。

【0153】

実施例 45：エアゾール組成物 (収斂、防臭剤)

(成分)	(%)
(1) シリコーン処理マイカ	3.0
(2) クロルヒドロキシアルミニウム	2.0

(3) イソプロピルメチルフェノール	0.3
(4) セスキオレイン酸ソルビタン	0.2
(5) ミリスチン酸イソプロピル	5.0
(6) 高純度テトラキストリメチルシロキシシラン	5.0
(7) メチルトリメチコン	1.0
(8) 香料	適量
(9) 噴射剤	残量

[製造方法]

A: 成分 (1) ~ (8) を混合する。

B: A をエアゾール用缶に詰めた後、成分 (9) を充填する。

以上のようにして得られた本発明品のエアゾール組成物は、防臭効果が高く、塗布時のべたつきがなく、のびが良く、なめらかな感触を有し、又、再分散性が良好なため、非常に使用性に優れたものであることがわかった。

【0154】

【発明の効果】

以上のことから、本発明は、安全性に優れ、適度な揮発性と油溶性を有し、経時安定性、感触にも優れた高純度テトラキストリメチルシロキシシランを配合することで、安全性が高く、感触に優れ、化粧持続性に優れ、製剤の安定性にすぐれ、のびが良く、ソフトな塗布感を持ち、かつドライフィールが少なく、ステイキングなどの感覚刺激も少ない化粧料が得られることは明らかである。

【書類名】 要約書**【要約】**

【課題】 安全性に優れ、適度な揮発性と油溶性を有し、経時安定性、感触にも優れた揮発性シリコーンを配合した化粧料を提供する。

【解決手段】 化学式 $\{(CH_3)_3SiO\}_3SiOH$ で示される 1, 1, 1, 5, 5, 5-ヘキサメチル-3-トリメチルシロキシ-3-ヒドロキシトリシロキサンの残存量が 3.0 質量% 以下となるように精製された、化学式 $Si\{(CH_3)_3SiO\}_4$ で示される高純度テトラキストリメチルシロキシシランを含むことを特徴とする化粧料。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-177608
受付番号	50301039190
書類名	特許願
担当官	関 浩次 7475
作成日	平成15年 8月 1日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成15年 6月23日
【特許出願人】	申請人
【識別番号】	000000952
【住所又は居所】	東京都墨田区墨田五丁目 17番4号
【氏名又は名称】	カネボウ株式会社
【特許出願人】	
【識別番号】	000002060
【住所又は居所】	東京都千代田区大手町二丁目 6番1号
【氏名又は名称】	信越化学工業株式会社

特願 2003-177608

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000000952]

1. 変更年月日

2001年 1月 4日

[変更理由]

名称変更

住 所

東京都墨田区墨田五丁目17番4号

氏 名

カネボウ株式会社

特願 2 0 0 3 - 1 7 7 6 0 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 2 0 6 0]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 2 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号

氏 名

信越化学工業株式会社

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**